

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
4581

Première édition  
1987-12-01



---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION  
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION  
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

---

## **Plastiques — Copolymères styrène/acrylonitrile — Dosage de l'acrylonitrile monomère résiduel — Méthode par chromatographie en phase gazeuse**

*Plastics — Styrene/acrylonitrile copolymers — Determination of residual acrylonitrile  
monomer content — Gas chromatography method*

## 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 normalement 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4581 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Plastiques — Copolymères styrène/acrylonitrile — Dosage de l'acrylonitrile monomère résiduel — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse, pour le dosage de l'acrylonitrile monomère résiduel dans les copolymères styrène/acrylonitrile et dans leurs mélanges. Tenant compte du fait que la chromatographie en phase gazeuse offre une grande gamme de conditions expérimentales réalisables, la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale s'est avérée la plus pratique.

## 2 Référence

ISO 2561, *Matières plastiques — Détermination du styrène monomère résiduel dans le polystyrène par chromatographie en phase gazeuse.*

## 3 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans le diméthylformamide et injection d'un petit volume de la solution dans un chromatographe, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme, pour obtenir la séparation et la détection des composants volatils. Le solvant contient une quantité connue de propionitrile ou d'acétonitrile en tant qu'étalon interne pour l'évaluation quantitative. Avec cette méthode, une basse limite de détection, de l'ordre de 3 parties par million (ppm) d'acrylonitrile dans le copolymère, peut être attendue.

Pour obtenir une plus basse limite de détection de l'ordre de 1 ppm, une méthode alternative est spécifiée en annexe. Dans cette méthode, la prise d'essai est dissoute dans le *N,N*-diméthylacétamide, le carbonate de propylène ou l'éthylméthylcétone et la solution est injectée dans un chromatographe équipé d'un détecteur azote-phosphore. Le solvant contient également du propionitrile en tant qu'étalon interne.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Des précautions spéciales de sécurité doivent être observées lors de la manipulation des réactifs qui suivent, en particulier l'acrylonitrile.

**4.1 Diméthylformamide**, de pureté telle qu'aucun pic d'impuretés n'apparaisse à l'intérieur de l'intervalle des temps de rétention des substances à doser.

### 4.2 Propionitrile.

L'acétonitrile peut être utilisé comme étalon interne au lieu du propionitrile s'il a été prouvé que l'on obtient les mêmes résultats.

### 4.3 Acrylonitrile.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un enregistreur.

### Conditions opératoires de la chromatographie en phase gazeuse

**Colonne** : Un tube en acier inoxydable ou en verre, de 1 à 2 m de longueur et 3 à 4 mm de diamètre intérieur est recommandé. La colonne est garnie avec du Porapak Q<sup>1)</sup> de dimension de particules de 50 à 100 mesh. Afin d'empêcher la pénétration des composants non volatils de la solution d'essai dans la colonne, des moyens appropriés sont utilisés, tels que la garniture de verre interne de l'orifice d'injection, ou une pré-colonne de 5 cm de longueur ayant le même contenu et montée de façon à permettre un renouvellement fréquent.

La méthode de remplissage n'est pas spécifiée, mais doit être telle qu'un rendement de séparation satisfaisant de la colonne soit obtenu. La colonne doit être vieillie durant 24 h à 230 °C sous un flux de gaz. Des modifications dans les dimensions de la colonne sont permises uniquement s'il a été prouvé que l'on obtient les mêmes résultats.

Température de la colonne et de la pré-colonne (si applicable) : isotherme de 160 à 180 °C.

Température de l'orifice d'injection : 200 à 230 °C.

Température du bloc de détection : 230 °C.

1) Porapak Q est une appellation commerciale d'un produit de Millipore Corporation. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie pas que l'ISO approuve ce produit. Après accord entre les parties intéressées, d'autres produits d'égale performance peuvent être utilisés.

Gaz vecteur : hélium (ou azote) comme spécifié dans l'ISO 2561.

Débit du gaz vecteur : à ajuster de façon que le propionitrile soit élué en 5 à 10 min.

Détecteur : à ionisation de flamme dans lequel les débits des flux d'hydrogène et d'air sont ajustés pour donner

- a) une grande sensibilité de réponse;
- b) une relation linéaire entre la réponse et la concentration dans l'intervalle mesuré;
- c) seulement un effet insignifiant des petites variations dans les débits de flux gazeux sur la réponse et la sensibilité.

Vitesse recommandée de l'enregistreur : 1,0 ou 1,27 cm/min.

La cloison en caoutchouc de silicone de l'orifice d'injection doit avoir de chaque côté un joint de polytétrafluoréthylène de façon à éviter une attaque par le diméthylformamide. Si l'on dispose uniquement de cloisons n'ayant un joint protecteur que d'un seul côté, deux de ces cloisons doivent être utilisées. Il est nécessaire de remplacer fréquemment ces dernières.

**5.2 Microseringues**, de 1 à 50 µl de capacité.

**5.3 Balance analytique**, précise à 0,5 mg.

## 6 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai peut être prélevé dans un matériau sous forme de poudre, de granulés ou d'objet moulé. Les morceaux de grande dimension doivent être réduits en fragments suffisamment petits pour permettre la pesée d'une quantité d'échantillon aussi voisine que possible de 1,0 g. Cette réduction de dimension ne doit pas échauffer l'échantillon.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'étalon interne

Transférer, à l'aide d'une pipette, exactement 1 ml de propionitrile (4.2) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait repère avec du diméthylformamide (4.1), les deux réactifs ayant été conservés à  $20 \pm 1,0$  °C. Transférer, à l'aide d'une pipette, exactement 5 ml de la solution ainsi obtenue dans une autre fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait repère avec du diméthylformamide. Si nécessaire, diluer encore cette solution diluée avec du diméthylformamide en conformité avec la concentration de l'acrylonitrile dans l'échantillon de polymère, afin d'obtenir la même sensibilité du détecteur. Au cours de l'opération de dilution, maintenir les liquides à une température de  $20 \pm 1,0$  °C.

### 7.2 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 1 mg près, approximativement 1 g de l'échantillon pour essai de polymère et le transférer dans une fiole jaugée de 20 ml fermée avec un bouchon en verre rodé. Ajouter approximative-

ment 15 ml de diméthylformamide (4.1). Après fermeture de la fiole jaugée, agiter si nécessaire pour permettre la dissolution d'une pipette, exactement 1 ml de la solution d'étalon interne, préparée selon 7.1 et conservée à  $20 \pm 1,0$  °C, puis compléter au trait repère avec du diméthylformamide. Conserver la solution pour être injectée dans le chromatographe en phase gazeuse.

### 7.3 Préparation des solutions d'acrylonitrile pour étalonnage

#### 7.3.1 Préparation de la solution étalon mère

Peser, à 1 mg près, 0,1 ml d'acrylonitrile (4.3) en même temps que la quantité adéquate de diméthylformamide (4.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait repère avec du diméthylformamide qui a été conservé à  $20 \pm 1,0$  °C. Transférer, à l'aide d'une pipette, exactement 10 ml de la solution ainsi obtenue dans une autre fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait repère avec du diméthylformamide. Si nécessaire, transférer, à l'aide d'une pipette, exactement 20 ml de cette solution diluée dans une autre fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait repère avec du diméthylformamide, pour la même raison que celle mentionnée en 7.1. Au cours de l'opération de dilution, maintenir la température du liquide à  $20 \pm 1,0$  °C. Peser l'acrylonitrile, qui est très volatil, dans la quantité de diméthylformamide précédemment pesée afin de réduire sa pression de vapeur.

#### 7.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Transférer un volume approprié de la solution d'acrylonitrile, préparée selon 7.3.1 et conservée à  $20 \pm 1,0$  °C, dans une fiole jaugée de 20 ml, ajouter exactement 1 ml de la solution d'étalon interne (7.1) et compléter au trait repère avec du diméthylformamide (4.1). Les volumes appropriés de la solution d'acrylonitrile (7.3.1) qui suivent sont recommandés :

0,5 — 1,0 — 1,5 et 2,0 ml

Conserver les solutions pour être injectées dans le chromatographe en phase gazeuse.

### 7.4 Enregistrement du chromatogramme de la solution d'essai et de la solution d'étalonnage

Selon la sensibilité du chromatographe en phase gazeuse utilisé, injecter un volume convenable de la solution d'essai préparée selon 7.2 ou de la solution d'étalonnage préparée selon 7.3. Le volume injecté ne constitue pas une donnée critique pour le calcul des résultats, mais il doit être identique pour la solution d'essai et la solution d'étalonnage correspondantes. Enregistrer les chromatogrammes d'étalonnage toujours avec les mêmes sensibilités, pour les pics du composant à doser et de l'étalon interne, que celles utilisées pour les chromatogrammes respectifs de l'échantillon.

Développer le chromatogramme jusqu'à élution complète de l'acrylonitrile et de l'étalon interne, mais ne pas aller jusqu'à l'apparition de la pente initiale du pic du diméthylformamide. Nettoyer ensuite la colonne au flux de gaz vecteur (dans cette méthode, il ne faut pas d'inversion de flux) jusqu'à rétablissement de la ligne de base normale.

## 7.5 Évaluation des pics du chromatogramme

Les temps de rétention de l'acrylonitrile et du propionitrile doivent être connus, au moins relativement les uns par rapport aux autres. Les valeurs dépendent de la longueur de la colonne, de la température de la colonne et d'autres paramètres, et elles varient selon la masse volumique de la charge de la colonne et l'âge de la colonne.

Les aires des pics de l'acrylonitrile et du propionitrile sont déterminées comme suit :

- intégration électronique, ou
- estimation de l'aire en se basant sur l'équation

aire ( $A$ ) = hauteur du pic  $\times$  largeur à mi-hauteur (voir ISO 2561), ou

- planimétrie.

L'usage de la méthode b) est recommandé seulement pour les pics dont la ligne de base est horizontale et ayant une forme aussi proche que possible d'un triangle isocèle, de façon à minimiser l'imprécision de la mesure. Il a été démontré que cette méthode est appropriée pour le mode opératoire analytique décrit dans la présente Norme internationale. Pour des dosages de routine, les mesures de hauteur de pic des chromatogrammes de l'échantillon et de l'étalon seront suffisantes. La méthode retenue pour l'évaluation des pics doit être identique pour les pics correspondant à la solution d'essai et aux solutions d'étalonnage.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul des résultats à partir d'une courbe d'étalonnage

Si plusieurs solutions d'étalonnage de concentrations d'acrylonitrile différentes sont disponibles, tracer la courbe des rapports  $A'_a/A'_s$  en fonction des concentrations correspondantes, en milligrammes par millilitre.

Avec les rapports correspondants, déterminés à partir de la solution d'essai,  $A_a/A_s$ , lire la concentration d'acrylonitrile dans la solution d'essai,  $c_a$ , sur la courbe d'étalonnage. Calculer la teneur en acrylonitrile de l'échantillon de polymère,  $P_a$ , exprimée en parties par million (ppm) en masse, à partir de  $c_a$  à l'aide de l'équation

$$P_a = \frac{2 c_a}{m_p} \times 10^4 \quad \dots (1)$$

où

$A'_a$  est l'aire du pic de l'acrylonitrile dans la solution d'étalonnage;

$A'_s$  est l'aire du pic de l'étalon interne (propionitrile) dans la solution d'étalonnage;

$A_a$  est l'aire du pic de l'acrylonitrile dans la solution d'essai;

$A_s$  est l'aire du pic de l'étalon interne (propionitrile) dans la solution d'essai;

$c_a$  est la concentration, en milligrammes par millilitre, de l'acrylonitrile dans la solution d'essai;

$m_p$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$P_a$  est la teneur en acrylonitrile, exprimée en parties par million en masse (abréviation ppm), de l'échantillon de polymère.

Pour des dosages de routine, les hauteurs des pics peuvent être utilisées au lieu des aires des pics  $A'_a$ ,  $A'_s$ ,  $A_a$  et  $A_s$ , s'il a été vérifié que cela conduit aux mêmes résultats.

### 8.2 Calcul des résultats à partir d'un seul point d'étalonnage

Lorsqu'il existe une relation linéaire entre les aires des pics et les concentrations respectives de l'acrylonitrile,  $P_a$  peut être calculée comme suit :

$$P_a = \frac{m'_a (A_a/A_s)}{m_p (A'_a/A'_s)} \times 10^3 \quad \dots (2)$$

où

$A'_a$ ,  $A'_s$ ,  $A_a$ ,  $A_s$ ,  $m_p$  et  $P_a$  ont les mêmes significations qu'en 8.1;

$m'_a$  est la masse, en milligrammes, d'acrylonitrile contenue dans 20 ml de la solution d'étalonnage (voir 7.3).

### 8.3 Précision de la mesure et sensibilité

La dispersion des résultats, lors de mesures répétées de la concentration de l'acrylonitrile dans un étalon, ne doit pas être supérieure à  $\pm 20$  % du résultat moyen ou 5 ppm en valeur absolue, selon la plus grande des deux valeurs. Une basse limite de détection de l'ordre de 3 ppm peut être attendue de la méthode.

## 9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète du polymère soumis à l'essai;
- toute différence de l'appareil de chromatographie en phase gazeuse et du mode opératoire avec l'appareil normalisé à détecteur d'ionisation de flamme et le mode opératoire spécifié dans le corps de la présente Norme internationale, en particulier si la méthode décrite dans l'annexe de la présente Norme internationale a été appliquée;
- teneur en acrylonitrile monomère de l'échantillon de polymère, exprimée en parties par million (ppm) en masse et arrondie au nombre entier le plus proche;
- limite d'erreur telle qu'elle est déterminée de la dispersion des résultats (voir 8.3).

## Annexe

### Méthode pour déterminer des teneurs inférieures à 3 ppm

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### A.1 Généralités

Pour des raisons toxicologiques, les copolymères d'acrylonitrile doivent contenir la quantité minimale possible d'acrylonitrile monomère résiduel. Dans certains cas, il peut être de ce fait exigé, de la méthode d'essai analytique, une limite de détection inférieure à 3 ppm. Dans ces cas, la méthode spécifiée dans la présente annexe peut être appliquée; son plus bas niveau de détection dans des conditions optimales est approximativement de 1 ppm.

#### A.2 Réactifs (voir chapitre 4)

Des réactifs de qualité chimique doivent être utilisés pendant tout le cours de l'essai. Si cette qualité n'est pas disponible, d'autres qualités peuvent être utilisées uniquement si l'on s'est assuré que le réactif est de pureté suffisamment élevée pour permettre son utilisation sans diminuer la précision du dosage. Des précautions spéciales de sécurité doivent être observées lors de la manipulation des réactifs qui suivent, en particulier l'acrylonitrile.

##### A.2.1 *N,N*-Diméthylacétamide (DMAC), carbonate de propylène (PC) ou éthylméthylcétone, comme solvants.

NOTE — Avant utilisation, injecter 5 µl de solvant et réaliser un chromatogramme, dans les conditions de A.5.4, pour démontrer l'absence de matériaux coélus aux temps de rétention de l'acrylonitrile ou de l'étalon interne dans les conditions de l'analyse.

##### A.2.2 Propionitrile.

Pour l'emploi de l'acétonitrile comme étalon interne, voir 4.2.

##### A.2.3 Acrylonitrile.

#### A.3 Appareillage (voir chapitre 5)

Matériel courant de laboratoire, et

**A.3.1 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un détecteur azote-phosphore, d'un orifice d'injection chauffé avec une chemise en verre que l'on peut enlever, d'un dispositif inverseur de flux et d'un enregistreur.

**Conditions opératoires de la chromatographie en phase gazeuse**

Colonne : Deux colonnes en acier inoxydable, respectivement de 61 et 183 cm de longueur, et 3,2 mm de diamètre extérieur.

La colonne de 61 cm est garnie avec du Porapak QS<sup>1)</sup> de dimension de particules de 80 à 100 mesh, la colonne de 183 cm avec du Porapak S<sup>1)</sup> de dimension de particules de 80 à 100 mesh. Les deux colonnes sont connectées au moyen d'un té de 3,2 mm d'ouverture (diamètre intérieur) et assemblées à un dispositif inverseur de flux comme représenté à la figure. L'inversion de flux sera effective dans la colonne la plus courte dès que le robinet ouvert/fermé autorisera la circulation du gaz vecteur du tube B vers l'orifice d'injection B, et lorsque la cloison de l'injecteur A sera relevée. Le système de colonnes doit être conditionné durant la nuit à 190 °C.

NOTE — D'autres garnitures de colonne peuvent être utilisées en substitution, après une évaluation convenable de l'absence de pics d'interférences. L'emploi de solvants plus volatils (par exemple l'éthylméthylcétone) pourrait éventuellement éviter la nécessité d'inversion de flux.

Température de la colonne : isotherme 165 °C.

Température de l'orifice d'injection : 200 °C.

Température du bloc de détection : 250 °C.

Gaz vecteur : hélium (ou azote).

Débit du gaz vecteur : optimiser le débit du gaz vecteur (20 à 30 ml/min) pour un pic de largeur minimale compatible avec la rapidité du temps d'analyse. Ajuster le débit du gaz vecteur à la sortie de la colonne de 183 cm (en utilisant un débitmètre à lame de savon et un chronomètre) pour être identique en position flux direct et inversion de flux du système.

Détecteur : azote-phosphore dans lequel le débit d'air, le débit d'hydrogène et l'alimentation en énergie électrique doivent être ajustés pour obtenir un maximum de sensibilité avec un minimum de bruit.

Sensibilité de l'enregistreur : 1 mV pleine échelle.

**A.3.2 Microseringues**, de 5 à 100 µl de capacité.

**A.3.3 Balance analytique**, précise à 0,1 mg.

**A.3.4 Débitmètre à lame de savon et chronomètre.**

**A.3.5 Agitateur de laboratoire.**

**A.4 Préparation de l'échantillon pour essai**  
(voir chapitre 6)

Ce chapitre correspond au chapitre 6. La masse d'échantillon nécessaire est de  $2 \pm 0,1$  g.

1) Porapak QS et Porapak S sont des appellations commerciales de produits de Millipore Corporation. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie pas que l'ISO approuve ces produits. Après accord entre les parties intéressées, d'autres produits d'égale performance peuvent être utilisés.

## A.5 Mode opératoire (voir chapitre 7)

### A.5.1 Préparation de la solution d'étalon interne

Remplir partiellement une fiole jaugée de 100 ml avec du solvant (A.2.1). Peser une microsiringue (A.3.2) chargée avec approximativement 15 mg de propionitrile (A.2.2). Transférer le contenu de la microsiringue dans la fiole jaugée et peser de nouveau immédiatement la microsiringue pour déterminer la masse d'étalon interne par différence. Compléter le contenu de la fiole jaugée au trait repère avec du solvant pur et mélanger complètement. Diluer 10,0 ml de la solution ainsi obtenue à 1 litre avec du solvant.

### A.5.2 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 1 mg près,  $2 \pm 0,1$  g de l'échantillon pour essai de polymère dans un flacon taré de 25 ml, ajouter 20,0 ml de la solution d'étalon interne préparée selon A.5.1 et obturer immédiatement le flacon. Placer le flacon sur l'agitateur mécanique (A.3.5) et mélanger jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dissous. Conserver la solution pour être injectée dans le chromatographe en phase gazeuse.

### A.5.3 Préparation des solutions d'acrylonitrile pour étalonnage

#### A.5.3.1 Préparation de la solution étalon mère

Peser une fiole jaugée de 25 ml remplie partiellement avec le solvant. Transférer, à l'aide d'une microsiringue de 50  $\mu$ l, 20  $\mu$ l (approximativement 20,2 mg) d'acrylonitrile (A.2.3) dans la fiole et peser de nouveau. Compléter au trait repère avec du solvant et calculer la concentration, en milligrammes par millilitre, de l'acrylonitrile dans la solution étalon mère. Préparer une nouvelle solution étalon mère tous les 7 à 10 jours.

#### A.5.3.2 Préparation de la solution d'étalonnage

Transférer exactement 20,0 ml de la solution d'étalon interne préparée selon A.5.1 dans un flacon équipé d'un capuchon d'obturation et injecter, à l'aide d'une microsiringue de 50  $\mu$ l, exactement 25  $\mu$ l de la solution étalon mère préparée selon A.5.3.1 au travers du capuchon. Conserver la solution pour être injectée dans le chromatographe en phase gazeuse. Préparer une nouvelle solution d'étalonnage chaque fois qu'une solution d'étalon interne fraîche est préparée.

### A.5.4 Enregistrement du chromatographe de la solution d'essai et de la solution d'étalonnage

Le paragraphe 7.4 est applicable. De plus, la technique du flux inversé est mise en œuvre de façon à éviter d'attendre toute la

durée d'élution du solvant utilisé. Dans la description qui suit, référence est faite à la figure.

Avant l'injection, introduire la cloison et la chemise en verre dans l'injecteur A et positionner le robinet sur la position fermée. Injecter un volume convenable de l'échantillon dans l'injecteur A. Au bout d'une durée prédéterminée (voir la note), enlever la cloison de l'injecteur A et mettre le robinet sur la position ouvert pour connecter le tube de circulation B avec l'injecteur B. L'inversion de flux au travers de la petite colonne est alors effective. Dans l'intervalle, remettre une chemise en verre de l'orifice d'injection propre. À la fin de la durée de l'inversion de flux (laquelle devrait être quatre fois plus longue que le flux direct), positionner le robinet sur le tube de circulation B en position fermée pour arrêter l'inversion de flux et remettre la cloison sur l'orifice d'injection A. Tolérer au moins 2 min d'attente pour que la ligne de base soit équilibrée. Faire une nouvelle injection après rétablissement de la ligne de base normale.

NOTE — La durée optimale au bout de laquelle l'inversion de flux est mise en route est déterminée empiriquement par la répétition d'injections de solution d'étalonnage en augmentant les durées de l'inversion de flux. L'optimum est atteint pour une durée minimale après laquelle aucun accroissement de la réponse de l'acrylonitrile ou du propionitrile, lors d'accroissement ultérieur de la durée de l'inversion de flux, n'est observé.

### A.5.5 Évaluation des pics du chromatogramme

Voir 7.5.

## A.6 Expression des résultats

La teneur en acrylonitrile de l'échantillon de polymère,  $P_a$ , exprimée en parties par million en masse, peut être calculée à l'aide de l'équation (2) en 8.2.  $A_a$ ,  $A_s$ ,  $A'_a$ ,  $A'_s$  et  $m_p$  ont les mêmes significations qu'en 8.1;  $m'_a$  est la masse, en milligrammes, d'acrylonitrile injectée dans 20,0 ml de la solution d'étalon interne lors de la préparation de la solution d'étalonnage selon A.5.3.2.

Pour permettre l'application de l'équation (2), un rapport constant  $R$  des facteurs de réponse pour l'acrylonitrile et le propionitrile doit exister entre la solution d'essai et la solution d'étalonnage :

$$R = \frac{\text{aire du pic de l'acrylonitrile} \times \text{masse de propionitrile}}{\text{aire du pic du propionitrile} \times \text{masse d'acrylonitrile}}$$

Si nécessaire, ajuster les concentrations du propionitrile dans la solution d'étalon interne et de l'acrylonitrile dans la solution d'étalonnage le plus près possible de l'intervalle approximatif des concentrations de l'acrylonitrile attendues dans l'échantillon.