Norme internationale ISO 4615

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

Plastiques — Résines de polyesters non saturés et époxydes — Détermination de la teneur totale en chlore

Plastics — Unsaturated polyesters and epoxide resins — Determination of total chlorine content

Première édition — 1979-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5322c8/iso-4615-1979

CDU 678.674 + 678.685 : 543.848 **Réf. nº : ISO 4615-1979 (F)**

Descripteurs : matière plastique, résine polyester, résine epoxy, analyse chimique, dosage, chlore, méthode par combustion.

Prix basé sur 5 pages

ISO 4615-1979 (F)

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 4615 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en août 1978.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5222c8/iso-4615-1979

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Suède
Allemagne, R.F.	Hongrie	Suisse
Autriche	Iran	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Japon	URSS
Canada	Mexique	USA
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
Finlande	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

© **Organisation internationale de normalisation, 1979** •

Imprimé en Suisse

Plastiques — Résines de polyesters non saturés et époxydes — Détermination de la teneur totale en chlore

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de dosage du chlore total dans les résines de polyesters non saturés et époxydes, à savoir :

— **méthode A** : combustion dans une bombe;

— **méthode B** : combustion dans un ballon.

NOTES

1 La détermination de la teneur en chlore et brome combinés, ou de la teneur en brome seulement, est également possible par ces méthodes. Le mode opératoire approprié doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le vendeur.

2 Ces méthodes ne sont pas applicables au dosage du chlore total dans les résines époxydes contenant du chlore comme impureté.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-810b-3aa30a5333a8/iso-4615-1979

2 PRINCIPE

Oxydation d'une prise d'essai par le peroxyde de sodium (méthode A) ou l'oxygène gazeux (méthode B) et dosage des chlorures résultants par titrage électrométrique ou volumétrique.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(AgNO_3) = 0{,}1$ mol/l.[1)]

NOTE — Dans le cas de résines à faible teneur en chlore total [inférieure à 2 % (*m/m*)], une solution titrée de nitrate d'argent, $c(AgNO_3) = 0{,}05$ mol/l,[2)] peut être utilisée.

3.2 Acide nitrique, solution à 126 g/l.

Pour la **méthode A** seulement :

3.3 Acide nitrique, concentré, $\rho = 1{,}42$ g/ml.

3.4 Peroxyde de sodium, sous forme de granulés.

3.5 Amidon ou **sucre**, en tant qu'auxiliaire de combustion.

Pour la **méthode B** seulement :

3.6 Oxygène, gazeux.

3.7 Nitrate de sodium.

3.8 Hydroxyde de potassium, solution à 100 g/l.

3.9 Peroxyde d'hydrogène, solution à 300 g/l.

4 APPAREILLAGE

4.1 Balance, précise à 0,000 1 g.

4.2 Matériel pour titrage Volhard ou **pour titrage électrométrique**, comprenant une burette d'une capacité et d'une précision appropriées à la méthode choisie (A ou B).

Pour la **méthode A** seulement :

4.3 Bombe à combustion (par exemple : bombe de Parr ou toute autre bombe donnant les mêmes résultats) à allumage électrique ou allumage à gaz. La figure 1 représente une bombe appropriée à allumage à gaz.

4.4 Creuset en nickel, avec couvercle (pour la bombe à allumage à gaz), à placer dans la bombe. Dimensions appropriées : diamètre 25 mm, hauteur 40 mm.

4.5 Enceinte de sécurité.

4.6 Bécher, de 600 ml de capacité.

Pour la **méthode B** seulement :

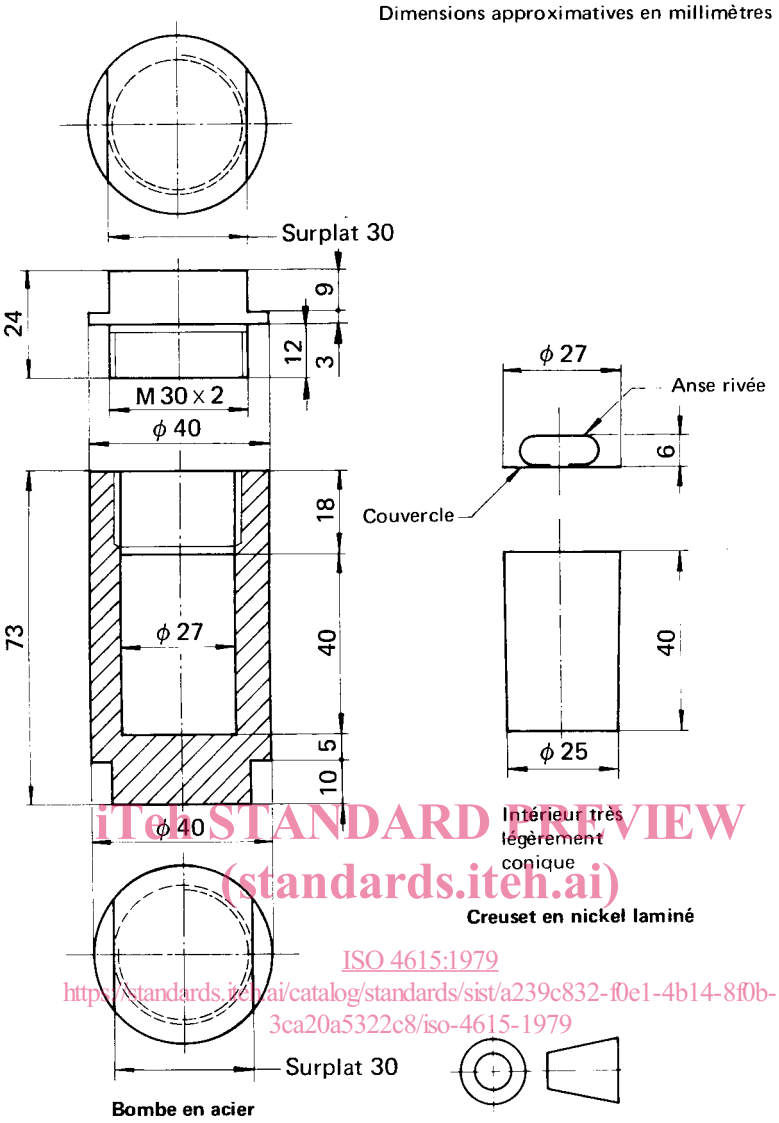
4.7 Ballon à fond rond, de 500 ml de capacité, avec bouchon adapté à la combustion par l'oxygène (voir figure 2). Un fil de platine de 1 mm de diamètre et de 120 mm de longueur, en forme de spirale conique de 15 mm de diamètre et de 15 mm de longueur, est fixé au bouchon. Par mesure de sécurité, il est recommandé d'envelopper le ballon avec de la toile métallique ou d'utiliser une cage de sécurité.

NOTE — Un bulbe de sécurité peut être fixé sur le ballon afin de permettre l'expansion des gaz en vue de réduire le danger.

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,1 N».

2) Jusqu'à présent désignée «solution titrée 0,05 N».

Dimensions approximatives en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5322c8/iso-4615-1979

FIGURE 1 — **Bombe à combustion à allumage à gaz**
(pour la méthode A)

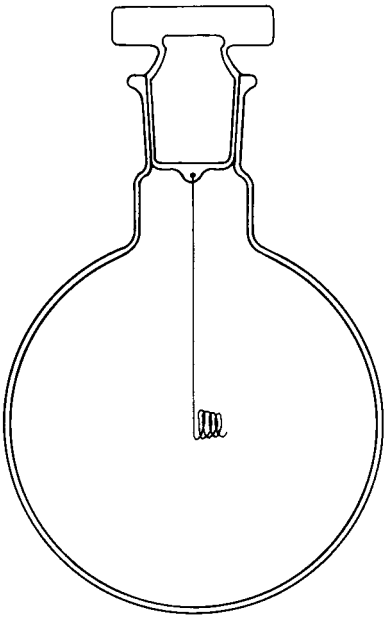


FIGURE 2 — **Ballon pour la combustion par l'oxygène, avec fil de platine fixé au bouchon**
(pour la méthode B)

4.8 Papier filtre, exempt d'halogènes et de cendres.

4.9 Ruban adhésif, à base d'acétate de cellulose, ou de cellulose régénérée, recouvert de polyacétate de vinyle, de 30 mm de largeur.

4.10 Bécher, de 100 ml de capacité.

5 ÉCHANTILLON POUR ESSAI

S'il est à l'état solide, l'échantillon pour essai doit être sous forme de poudre ou de granules, ou, si nécessaire, doit être coupé en morceaux de 1 à 3 mm. Lorsqu'une bombe à allumage électrique est employée, il est préférable que la matière soit sous forme de poudre.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Méthode A (méthode de la bombe à combustion)

6.1.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,000 5 g près, au plus 0,1 g de l'échantillon pour essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.2 *Détermination*

6.1.2.1 Placer d'abord 7 à 7,5 g du peroxyde de sodium (3.4) dans le creuset (4.4) de la bombe à allumage à gaz ou dans le godet à fusion de la bombe à allumage électrique, puis la prise d'essai (6.1.1), mélangée avec 0,16 à 0,17 g d'amidon ou de sucre, puis 7 à 7,5 g supplémentaires de peroxyde de sodium. **Le chargement du peroxyde de sodium doit être effectué derrière un écran protégeant l'opérateur.** Mélanger le tout en agitant. Placer ensuite le creuset muni de son couvercle à l'intérieur de la bombe à allumage à gaz et fermer celle-ci hermétiquement. Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, assembler la bombe et la tapoter pour tasser la charge.

ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a2e832-9de-4b44-889-
3ca20a5322c8/iso-4615-1979

6.1.2.2 Allumer la bombe.

AVERTISSEMENT IMPORTANT — Lorsqu'une bombe à allumage à gaz est utilisée, placer celle-ci dans l'enceinte de sécurité (4.5). Ajuster au préalable la flamme en utilisant une bombe vide dans l'enceinte de sécurité de façon que son extrémité se trouve à quelques millimètres de la base de la bombe. Enlever alors la bombe vide. Chauffer la bombe à une température comprise entre 300 et 400 °C durant environ 10 min. L'inflammation se produit généralement entre 50 et 60 °C et se manifeste par un craquement et par le fait que le fond de la bombe commence à rougir.

Le chauffage de la bombe est d'une extrême importance, puisque, s'il est trop faible, il sera la cause d'une oxydation incomplète de la matière organique et de l'obtention d'une teneur en chlore par défaut, et, s'il est trop élevé, il sera la cause d'éventuels dommages du creuset ou du godet à fusion de la bombe et même d'une explosion.

Ces bombes ne sont pas conçues pour opérer au niveau du chauffage au rouge, mais il n'y a pas de dangers graves dans cette méthode d'oxydation, à condition que la quantité convenable de matière soit introduite dans une bombe en bon état, et que la technique de chauffage convenable soit suivie.

Ne pas utiliser la bombe dès que les parois ou le fond sont visiblement bombés, ou si les surfaces intérieures sont piquées ou corrodées de sorte que le diamètre interne en un point quelconque soit réduit de plus de 1,5 % de la valeur initiale.

Il est essentiel de lire attentivement les instructions du fabricant, en particulier en ce qui concerne les précautions de sécurité.

6.1.2.3 Refroidir la bombe, l'ouvrir et, si l'on utilise une bombe à allumage à gaz, retirer le creuset et la placer soigneusement dans le bécher (4.6) contenant 100 ml d'eau et couvrir immédiatement le bécher d'un verre de montre. Lorsque la réaction s'est calmée, laver l'intérieur de la bombe et le bouchon, et recueillir l'eau de lavage dans le bécher.

Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, la démonter après refroidissement, enlever le couvercle et l'introduire dans le bécher (4.6) contenant 100 ml d'eau. Mettre le godet à fusion dans le même bécher et couvrir immédiatement ce dernier avec un verre de montre.

ATTENTION — Dans le cas où la bombe est refroidie à l'eau, prendre soin que l'eau n'atteigne pas le joint entre le couvercle et la bombe.

AVERTISSEMENT IMPORTANT — En cas de doute si la réaction a eu lieu ou non, ne pas diluer le contenu de la bombe à l'aide d'eau selon la méthode normale, car on risquerait une explosion violente. Étaler le contenu de la bombe sur du sable sec, l'asperger d'eau en se plaçant à une distance offrant toute sécurité, puis le laver avec de l'eau.

6.1.2.4 Porter le contenu du bécher à ébullition puis le refroidir. Rincer le creuset et son couvercle, ou le godet à fusion et son couvercle, avec de l'eau, puis les retirer du bécher.

6.1.2.5 Ajouter lentement 20 ml de l'acide nitrique concentré (3.3) en agitant constamment, puis de la solution d'acide nitrique (3.2) jusqu'à ce que le mélange soit neutre. Ajouter ensuite 2 ml supplémentaires de la solution d'acide nitrique (3.2).

NOTE — Le méthylorange convient comme indicateur pour la neutralisation.

6.1.2.6 Diluer le contenu du bécher à environ 200 ml avec de l'eau, et déterminer la teneur en chlore par titrage électrométrique ou selon la méthode de Volhard, avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

6.1.3 *Essai à blanc*

Effectuer un essai à blanc en brûlant les mêmes quantités du peroxyde de sodium (3.4) et du sucre ou de l'amidon (3.5) que celles utilisées avec la prise d'essai, et répéter les opérations du mode opératoire (mais en omettant la prise d'essai) spécifié en 6.1.2.

6.2 Méthode B (méthode du ballon à oxygène)

6.2.1 *Prise d'essai*

6.2.1.1 CAS D'UN PRODUIT LIQUIDE

Découper un carré de 30 mm x 30 mm dans le ruban adhésif (4.9) [voir figure 3 a)]. Coller dessus un carré de papier filtre (4.8) à languette [voir figure 3 b)].

Enrouler sur une baguette de verre, en commençant côté languette, de façon à obtenir un petit cylindre, le papier filtre étant à l'intérieur [voir figure 3 c)].

Aplatir à la pince l'extrémité du cylindre opposée à la languette.

Peser ce cylindre à 0,000 1 g près. Déposer un échantillon liquide de 0,025 à 0,035 g par l'autre extrémité, à l'aide d'une pipette effilée. Fermer cette extrémité à la pince. Repeser à 0,000 1 g près.

Enfiler l'ensemble dans la spirale de platine du ballon (4.7), en faisant dépasser la languette, et continuer comme indiqué en 6.2.2.

6.2.1.2 CAS D'UN PRODUIT SOLIDE

Peser, à 0,000 1 g près, 0,025 à 0,035 g de l'échantillon pour essai et le placer sur un papier filtre découpé comme indiqué en a) sur la figure 4, après avoir au préalable marqué les plis. Plier alors le papier comme indiqué en b), c) et d) sur la figure 4, et l'enfiler dans la spirale de platine du ballon (4.7), en faisant dépasser la languette, et continuer comme indiqué en 6.2.2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5322c8/iso-4615-1979

6.2.2 *Détermination*

6.2.2.1 Verser, dans le ballon (4.7), environ 10 ml d'eau, 1 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.8) et 0,15 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.9). Faire passer l'oxygène (3.6) dans le ballon par un tube de verre avec un débit de 250 à 350 ml/min durant 5 min pour chasser l'air.

6.2.2.2 Allumer la languette du papier filtre à la flamme d'un bec de gaz, puis insérer rapidement, dans le col du ballon, le bouchon muni du fil de platine et du papier filtre enflammé.

ATTENTION — Si une cage de sécurité n'est pas utilisée, il est essentiel que l'opérateur porte des lunettes et des gants de protection.

6.2.2.3 Pendant la combustion, tenir le ballon à l'envers, de façon que le liquide couvre la partie inférieure du bouchon, ce qui permet d'éviter toute fuite de gaz due à un manque d'étanchéité du bouchon. Une fois la combustion terminée, remettre le ballon à l'endroit et l'agiter avec précaution sous un jet d'eau froide pour provoquer une rapide et complète absorption de l'acide chlorhydrique produit.

ATTENTION — Il est dangereux de tenir le ballon à la main pendant l'essai et il est également dangereux de refroidir le ballon sous eau froide.

6.2.2.4 Après 30 min, ouvrir le ballon et transférer quantitativement son contenu dans un bécher de 100 ml en rinçant de façon que le volume final soit d'environ 30 ml. Ajouter environ 1 g du nitrate de sodium (3.7) et 2,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2), puis porter et maintenir la solution à ébullition durant 5 min. Après refroidissement, déterminer la teneur en chlore par titrage électrométrique ou selon la méthode de Volhard, avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

6.2.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le mode opératoire spécifié en 6.2.1 et 6.2.2, mais en omettant la prise d'essai.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La teneur totale en chlore, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$3{,}55 \times \frac{0{,}1\,(V_1 - V_0)}{m}$$

où

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

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (3.1), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (3.1), utilisé pour la détermination.

NOTE — Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

7.2 Exprimer le résultat par la moyenne arithmétique de deux déterminations qui ne diffèrent pas de plus de ± 0,2 % (*m/m*).

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) l'identification complète de l'échantillon;

b) la référence de la présente Norme internationale;

c) la méthode utilisée (A ou B);

d) la teneur totale en chlore de l'échantillon, selon 7.2.

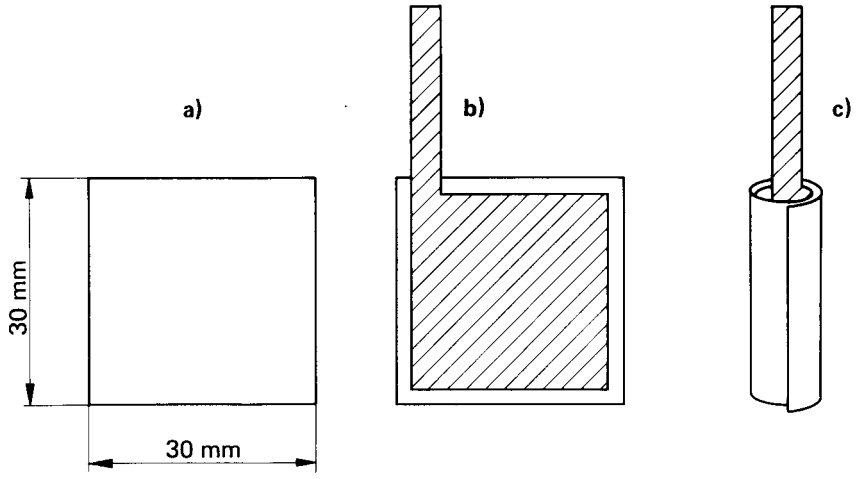


FIGURE 3 — **Préparation du cylindre pour une prise d'essai liquide**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5322c8/iso-4615-1979

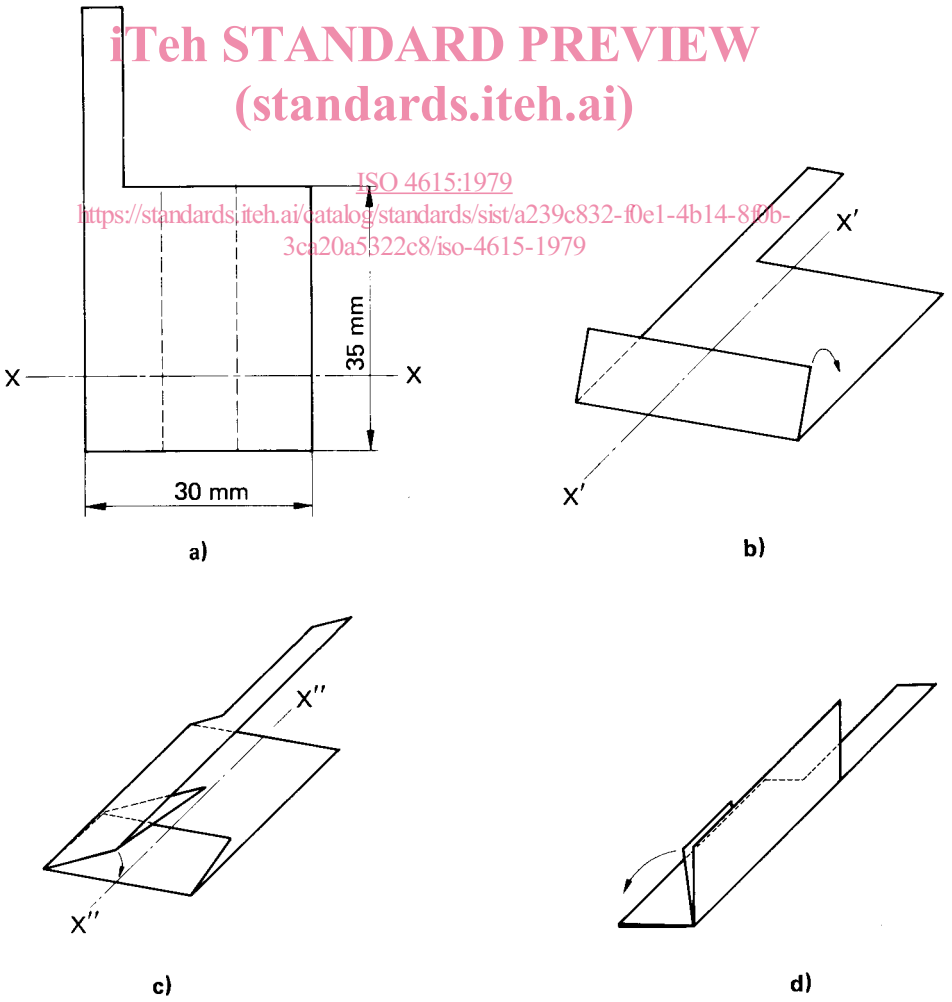


FIGURE 4 — **Pliage du papier filtre contenant une prise d'essai solide**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4615:1979
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a239c832-f0e1-4b14-8f0b-3ca20a5322c8/iso-4615-1979