
Norme internationale



6401

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

Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Plastics — Homopolymer and copolymer resins of vinyl chloride — Determination of residual vinyl chloride monomer — Gas chromatographic method

Première édition — 1985-02-15

[ISO 6401:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985>

CDU 678.743.2-13

Réf. n° : ISO 6401-1985 (F)

Descripteurs : plastique, polymère, homopolymère, copolymère, chlorure de vinyle, résine vinylique, essai, dosage, monomère, résidu chimique, méthode chromatographique en phase gazeuse.

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 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 6401 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

[ISO 6401:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985>

Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

0 Introduction

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale est celle prévue dans la Directive de la Communauté économique européenne (CEE) pour les *Matériaux et objets contenant du chlorure de vinyle monomère et destinés à être au contact de substances alimentaires*. (Directive de la Commission 80/776/EEC du 8 juillet 1980.)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel dans les résines d'homopolymères et de copolymères du chlorure de vinyle.

Dans la présente Norme internationale, le domaine d'application est limité aux résines d'homopolymères et de copolymères du chlorure de vinyle, mais la méthode est également applicable aux matériaux et objets fabriqués avec ces résines.

La limite inférieure de détection varie dans la mesure où les impuretés du solvant interfèrent. L'utilisation du solvant spécifié permet d'assurer que 0,5 mg/kg peuvent être détectés mais 0,2 mg/kg peuvent être détectés si l'interférence est suffisamment faible.

2 Références

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*.

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*.

3 Principe

Dissolution ou suspension d'une prise d'essai dans un solvant approprié, et détermination de la teneur en chlorure de vinyle par chromatographie en phase gazeuse, en utilisant la méthode «espace de tête».

4 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.

AVERTISSEMENT — Le chlorure de vinyle est une substance dangereuse et un gaz à la température ambiante; en conséquence, la préparation des solutions doit être effectuée uniquement sous une hotte bien ventilée.

4.1 Chlorure de vinyle, de pureté supérieure à 99,5 %.

4.2 *N,N*-Diméthylacétamide, ou autres solvants convenables tels que le *N,N*-diméthylformamide ou tétrahydrofurane, ne contenant aucune impureté ayant le même temps de rétention chromatographique que le chlorure de vinyle ou que l'éta lon interne (4.3) dans les conditions de l'essai.

4.3 Oxyde diéthylique, ou autre réactif convenable tel que le *cis*-butène-2 dans le solvant (4.2) comme étalon interne.

Cet étalon interne ne doit pas contenir, ni former dans les conditions de l'essai, d'impureté ayant le même temps de rétention chromatographique que le chlorure de vinyle.

L'utilisation d'un étalon interne est facultative (voir 6.3.1).

4.4 Chlorure de vinyle, solution étalon correspondant à environ 2 000 mg de chlorure de vinyle par kilogramme.

Peser, à 0,1 mg près, un récipient en verre approprié. Placer dans le récipient un volume approprié (par exemple 50 ml) de solvant (4.2). Peser à nouveau. Ajouter une masse appropriée (par exemple 0,1 g) de chlorure de vinyle sous forme liquide ou gazeuse, en l'injectant lentement dans le solvant.

Le chlorure de vinyle peut également être ajouté en le faisant barboter dans le solvant à condition qu'on utilise un dispositif ne permettant pas la perte du solvant.

Peser à nouveau à 0,1 mg près.

Laisser reposer durant 2 h afin d'obtenir l'équilibre.

Placer la solution dans un réfrigérateur.

4.5 Chlorure de vinyle, solution étalon diluée.

Diluer une quantité pesée de la solution étalon de chlorure de vinyle (4.4) au volume ou à la masse connus, en employant le solvant (4.2) ou l'étalon interne (4.3).

Noter la concentration de la solution étalon diluée en milligrammes par litre ou en milligrammes par kilogramme, selon le cas.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un échantillonneur «espace de tête» automatique ou de dispositifs pour injection manuelle de l'échantillon.

5.2 Détecteur à ionisation de flamme

Dans certains cas, il est possible d'utiliser d'autres détecteurs, par exemple le détecteur à conductivité micro-électrolytique décrit dans le *Journal of Chromatographic Science*, 12, mars 1974, p. 152.

5.3 Colonne de chromatographie.

La colonne doit être capable de séparer les pics de l'air, du chlorure de vinyle de la solution étalon (4.5) et de l'étalon interne, si ce dernier est utilisé.

Le signal obtenu avec une solution à 0,02 mg de chlorure de vinyle par litre ou par kilogramme doit être égal au moins à cinq fois le bruit de fond.

Des exemples de colonnes convenables sont décrits dans l'annexe.

5.4 Potentiomètre enregistreur, et éventuellement intégrateur.

5.5 Fioles ou flacons pour échantillon, munis de bouchons en silicone ou caoutchouc butyl.

Lorsque les techniques manuelles sont utilisées et que les récipients ne sont pas sous pression, la prise d'échantillon dans l'«espace de tête» avec une seringue peut causer un vide partiel à l'intérieur de la fiole ou du flacon. Pour cette raison, l'utilisation de flacons de gros volume (50 ml) est recommandée.

5.6 Microseringues.

5.7 Seringues étanches aux gaz, pour échantillonnage «espace de tête» manuel.

5.8 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

6 Mode opératoire

6.1 Généralités

Prendre toutes les précautions nécessaires pour éviter des pertes de chlorure de vinyle ou de solvant par volatilisation.

L'utilisation d'un étalon interne (4.3) est fortement recommandée lorsque des techniques de prélèvements manuelles sont employées.

Lorsqu'un étalon interne est utilisé, la même solution doit être employée dans l'ensemble du mode opératoire.

6.2 Prises d'essai

Préparer trois prises d'essai en pesant, à 0,1 mg près, au moins 200 mg de l'échantillon dans chacun des trois flacons (5.5). Essayer de s'assurer que les prises d'essai sont de masses égales. Fermer immédiatement les flacons.

6.3 Détermination

6.3.1 Préparation des solutions d'essai

Aux prises d'essai (6.2) contenues dans les flacons, ajouter le solvant (4.2) dans une proportion de 10 ml par gramme de prise d'essai. Le solvant peut contenir, si nécessaire, l'étalon interne (4.3). Fermer les flacons.

6.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Préparer deux séries de sept flacons (5.5). Mettre dans chaque flacon des volumes de solution étalon diluée de chlorure de vinyle (4.5) et de solvant (4.2) ou d'étalon interne (4.3) afin d'obtenir des séries de solutions en double, ayant des concentrations de chlorure de vinyle de 0 — 0,050 — 0,075 — 0,100 — 0,125 — 0,150 et 0,200 mg/l environ, et afin que tous les flacons contiennent le même volume de solvant que les solutions d'essai (voir 6.3.1). Fermer les flacons.

6.3.3 Préparation des solutions d'étalonnage de contrôle

Préparer une seconde solution étalon de chlorure de vinyle en répétant le mode opératoire spécifié en 4.4, et ensuite préparer une solution étalon diluée de chlorure de vinyle, ayant une concentration de chlorure de vinyle de 0,1 mg/l, en employant le mode opératoire décrit en 4.5. Utiliser des parties aliquotes en double pour la chromatographie en phase gazeuse.

6.3.4 Chromatographie en phase gazeuse

6.3.4.1 Placer les flacons contenant les solutions d'essai (6.3.1), les solutions d'étalonnage (6.3.2) et les solutions d'étalonnage de contrôle (6.3.3) dans un bain d'eau réglé à 60 ± 1 °C et les y laisser durant 2 h pour atteindre l'équilibre.

Agiter les flacons, en évitant le contact entre le liquide et le bouchon, afin d'obtenir une suspension de résine, aussi homogène que possible, dans les flacons contenant les solutions d'essai.

6.3.4.2 Prélever des échantillons dans l'«espace de tête» de chaque flacon.

Lorsque les techniques manuelles sont utilisées, prendre soin d'obtenir un échantillon reproductible (voir 5.5); en particulier la seringue doit être préchauffée à la même température que l'échantillon.

6.3.4.3 Injecter l'échantillon, en tournant, dans la colonne et enregistrer les chromatogrammes.

Si nécessaire, éliminer de la colonne le solvant en excès, en employant des méthodes appropriées, dès que les pics de solvant apparaissent sur le chromatogramme.

6.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.4.1 Tracer une courbe ayant, par exemple, la teneur en chlorure de vinyle des solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre ou par kilogramme, en abscisses et les aires (ou les hauteurs) des pics correspondantes ou le rapport entre ces aires (ou hauteurs) et celles relatives aux pics de l'étalon interne, en ordonnées.

6.4.2 Les exigences suivantes doivent être observées attentivement dans l'établissement de la courbe d'étalonnage.

La courbe doit comprendre, au moins, sept paires de points.

La répétabilité des réponses, telle qu'elle est définie dans l'ISO 472 et l'ISO 5725, doit être meilleure que 0,02 mg de chlorure de vinyle par litre ou par kilogramme.

La courbe doit être calculée à partir des points par la technique des moindres carrés.

La courbe doit être linéaire, c'est-à-dire que l'écart-type des réponses autour de la ligne de régression divisé par la valeur moyenne de toutes les réponses ne doit pas dépasser 0,07.

6.4.3 La moyenne des résultats des déterminations sur les solutions d'étalonnage de contrôle ne doit pas s'écarter de plus de 7 % des points correspondants sur la courbe d'étalonnage. Si la différence est supérieure à 7 %, rejeter la solution étalon de chlorure de vinyle (4.4) et les autres solutions, y compris la solution étalon de chlorure de vinyle utilisée pour préparer les solutions d'étalonnage de contrôle, et répéter l'essai.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

Si l'on a respecté systématiquement les mêmes quantités d'échantillon et de solvant, à teneur connue et constante en

étalon interne dans les déterminations, lire la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre ou par kilogramme, des solutions d'essai directement sur la courbe d'étalonnage.

Sinon, déterminer la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre ou par kilogramme, des solutions d'essai par interpolation sur la courbe d'étalonnage.

La teneur en chlorure de vinyle de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{C V}{m} \times 1\,000$$

où

C est la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre ou par kilogramme, de la solution d'essai, déterminée sur la courbe d'étalonnage;

V est le volume, en millilitres, du solvant utilisé¹⁾;

m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des trois déterminations.

7.2 Précision

Des essais interlaboratoires sur des échantillons homogènes sous forme de film ont donné pour une teneur en chlorure de vinyle monomère d'environ 1 mg/kg

- une répétabilité de 0,2 mg/kg;
- une reproductibilité de 0,4 mg/kg.

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète de la matière soumise à l'essai, comportant la désignation du producteur, le type et la forme;
- c) description de la colonne de chromatographie utilisée;
- d) type de détecteur;
- e) courbe d'étalonnage;
- f) résultats individuels pour les trois prises d'essai et leur moyenne arithmétique.

1) Dans le cas de solvants mesurés en masse, cette dernière doit être utilisée dans la formule, au lieu du volume.

Annexe

Colonnes appropriées à la détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel dans les résines d'homopolymères et de copolymères

(Cette annexe est donnée uniquement à titre d'information.)

Colonne	Longueur, m	Diamètre, mm	Phase stationnaire	Support	Gamme de température opératoire, °C
1	2,00	2	Carbowax 1 500 20 % (m/m)	Carbopack B 180 à 150 µm	50 à 70
2 ¹⁾	1,00	2		Porapak Q ou QS 180 à 150 µm	120 à 140
3	3,00	2	Di-isodécylphthalate 25 % (m/m)	Chromosorb WHP 180 à 150 µm	50 à 70
4	3,00	3	Tri(cyano-2 éthoxy)-1,2,3 propane 20 % (m/m)	Chromosorb W AW-DMCS 180 à 150 µm	35 à 55
5	3,60	2	Polypropylène-glycol 3 000 15 % (m/m)	Kieselguhr 250 à 180 µm	40 à 60

1) Cette colonne peut ne pas convenir pour les copolymères de chlorure de vinyle et acétate de vinyle (VC/VAC).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6401:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6401:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93a316b2-ca99-41f2-b123-90c1ddedd93f/iso-6401-1985>