

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6427

Deuxième édition
1992-12-15

**Plastiques — Détermination des matières
extractibles par des solvants organiques
(méthodes conventionnelles)**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Plastics — Determination of matter extractable by organic solvents
(conventional methods)*

ISO 6427:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-e6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992>

INCUBITE

ISO



Numéro de référence
ISO 6427:1992(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 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6427 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 645.7.19 *Propriétés physicochimiques*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-e6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6427:1982), dont le tableau a fait l'objet d'une révision technique concernant principalement le tableau.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Il existe plusieurs normes nationales et internationales relatives à la détermination du pourcentage de matière extractible, prescrivant des méthodes d'extraction peu divergentes. Pour faciliter le travail du personnel de laboratoire chargé d'exécuter ces déterminations sur différentes matières plastiques, la présente Norme internationale fait une synthèse des méthodes qui sont généralement appliquées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6427:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-e6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-e6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6427:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-e6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992>

Plastiques — Détermination des matières extractibles par des solvants organiques (méthodes conventionnelles)

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination des composants dans les plastiques pouvant être extraits au moyen de liquides organiques chauds près du point d'ébullition. Pour une utilisation spéciale, une méthode d'extraction froide est prescrite dans l'annexe B.

1.2 Les composants extractibles peuvent être des monomères, des oligomères, des polymères, des plastifiants, des stabilisants, etc. La nature et le pourcentage de la matière extractible ont une influence sur les propriétés des plastiques.

1.3 Le liquide d'extraction recommandé dépend du type de plastique mis en présence ainsi que le but de la détermination prévue (voir tableau 1). Il est nécessaire de mentionner que les quantités de composants spéciaux extraites ne sont pas souvent quantitatives dans le sens de la chimie analytique.

1.4 La présente Norme internationale n'est pas applicable aux plastiques qui viennent en contact avec des aliments ou avec de l'eau potable. Des règlements spéciaux ont été établis pour de tels plastiques dans de nombreux pays. Pour examiner la conformité des plastiques avec ces règlements, des méthodes d'essai autres que celles indiquées dans la présente Norme Internationale sont utilisées dans la plupart des cas. Les méthodes de la présente Norme internationale ne sont pas prévues pour une utilisation dans des essais de migration.

1.5 Si la présente Norme internationale doit être appliquée à des plastiques autres que ceux mentionnés dans le tableau 1, les conditions opératoires doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 59:1976, *Matières plastiques — Pièces moulées à base de phénoplastes — Détermination des matières solubles dans l'acétone.*

ISO 308:1981, *Plastiques — Matières à mouler à base de phénoplastes — Détermination des matières solubles dans l'acétone (teneur apparente en résine des matières à l'état non moulé).*

ISO 383:1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables.*

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 1773:1976, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons (à col étroit).*

ISO 1872-1:1986, *Plastiques — Thermoplastiques à base de polyéthylène (PE) et de copolymères d'éthylène — Partie 1: Désignation.*

ISO 1875:1982, *Plastiques — Acétate de cellulose plastifié — Détermination des matières extractibles par l'oxyde diéthylique.*

3 Réactifs et matériaux

Dimensions en millimètres

3.1 Liquide d'extraction, de qualité analytique reconnue, à choisir en fonction des spécifications du plastique à examiner (voir tableau 1).

3.2 Grains de porcelaine poreuse.

3.3 Laine de verre, préalablement extraite.

4 Appareillage

4.1 Machine à broyer (broyeur ou dispositif similaire), pour réduire l'échantillon à la granulométrie requise.

L'utilisation d'un broyeur qui coupe l'échantillon au moyen de lames rotatives et fixes est préférable. Le cas échéant, on peut utiliser une paire de ciseaux afin de réduire les dimensions de l'échantillon.

4.2 Jeu de tamis, conformes aux prescriptions de l'ISO 565.

4.3 Ballon à fond plat, de capacité appropriée, par exemple 250 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 1773, avec col rodé conforme aux prescriptions de l'ISO 383.

4.4 Appareil d'extraction, conçu pour que le creuset ou la cartouche soit chauffé(e) de tous côtés par la vapeur du liquide d'extraction.

4.4.1 Extracteur de Soxhlet, tel que représenté, à titre d'exemple, à la figure 1.

4.4.2 Autres extracteurs, par exemple du type Twisselmann (voir figure 2), à condition qu'ils donnent les mêmes résultats que ceux obtenus avec l'extracteur de Soxhlet.

4.5 Récipient, pour la prise d'essai à extraire.

4.5.1 Cartouche en papier cellulosique, de taille appropriée, par exemple 33 mm de diamètre et 94 mm de longueur.

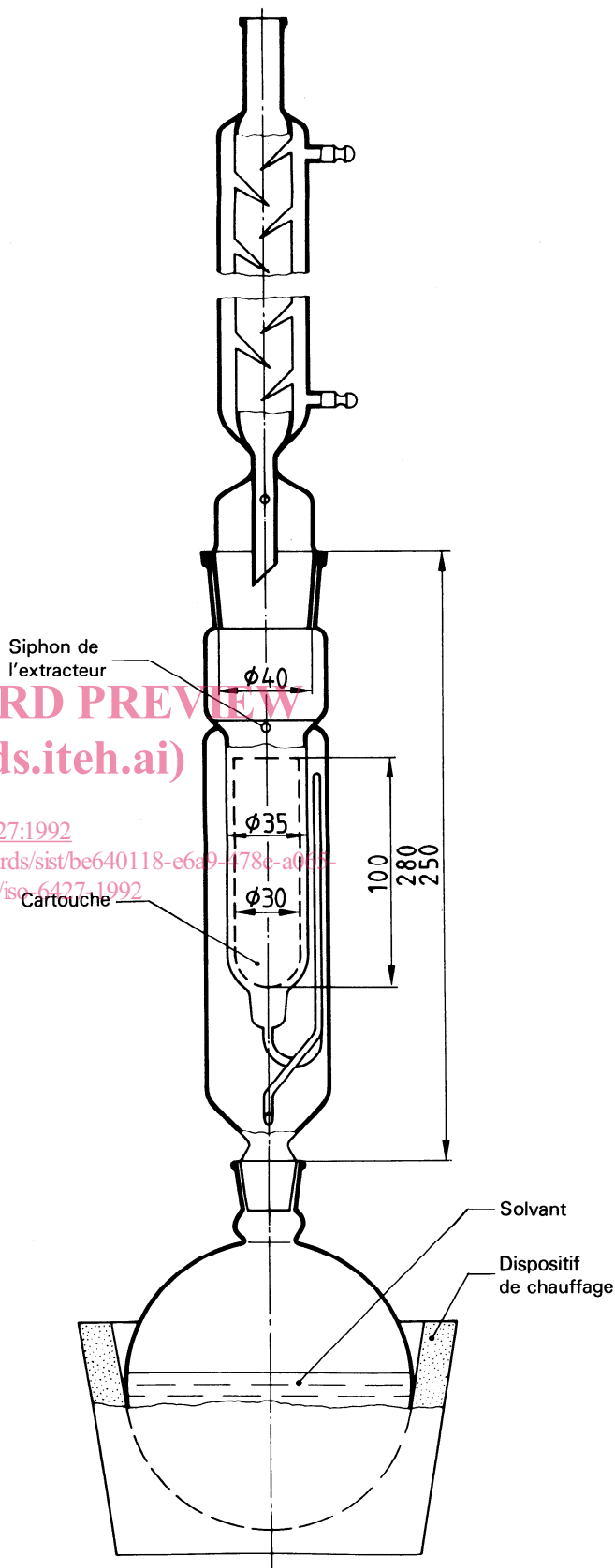


Figure 1 — Appareil d'extraction capable de recevoir la cartouche (4.5.1) ou d'autres récipients pour échantillon

4.5.2 Panier en fil métallique, ayant les mêmes dimensions que celles de la cartouche (4.5.1).

4.5.3 Creuset filtrant en verre, de porosité 40 μm à 100 μm .

NOTE 1 Le choix du récipient approprié à l'extraction est très important. La masse de la cartouche cellulosique (4.5.1) dépend de l'humidité, ce qui peut conduire à des résultats variables lors des pesées. Le panier en fil métallique (4.5.2) ne peut pas être utilisé dans le cas d'un échantillon en poudre ou dans le cas où une réaction chimique est possible entre le métal et l'un des composants du plastique. D'autre part, des difficultés peuvent se présenter à cause de la pénétration de composants du plastique dans les pores du creuset filtrant en verre (4.5.3) et du gonflement qui s'ensuit.

4.6 Réfrigérant à reflux, muni d'un joint rodé adaptable à l'appareil d'extraction (4.4), par exemple réfrigérant à reflux du type Dimroth.

4.7 Dispositif de chauffage, sans flamme ouverte, approprié au chauffage du ballon (4.3) à l'abri d'une explosion.

4.8 Balance, précise à 0,1 mg.

4.9 Dessiccateur, garni de chlorure de calcium et de gel de silice.

4.10 Appareil de distillation.

Il est nécessaire d'utiliser l'un des appareils suivants:

4.10.1 Évaporateur rotatif.

4.10.2 Appareil de distillation, muni d'une colonne à distiller de Vigreux, ou équivalente, de 400 mm de hauteur.

4.11 Étuve à vide ou **étuve à circulation d'air**, à l'abri d'une explosion, réglable à une température jusqu'à 105 °C.

4.12 Coupelle d'évaporation, de capacité appropriée, par exemple 200 ml.

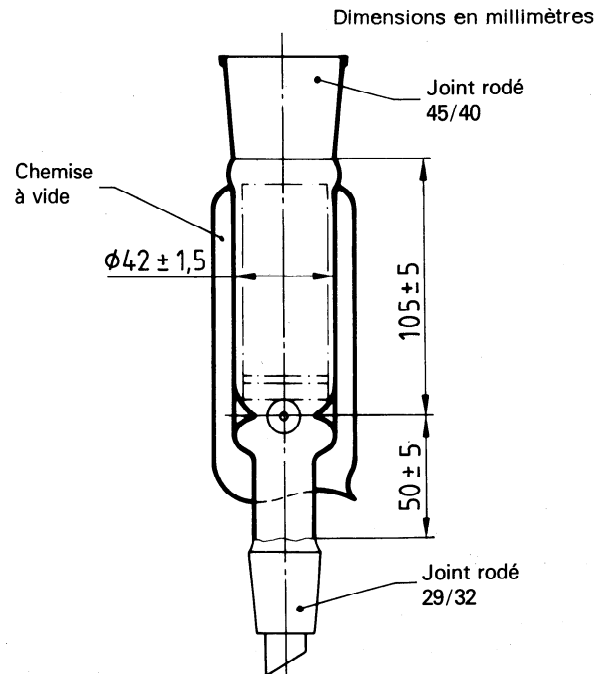


Figure 2 — Extracteur du type Twisselmann avec chemise à vide

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 6427:1992 5 Préparation de l'échantillon pour essai

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-c6a9-478e-a065-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-c6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992)

[21197a890559/iso-6427-1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-c6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992)

5.1 Le matériau plastique ou le produit plastique doit être exempt de poussière et de matières étrangères. Si le matériau ou le produit doit être nettoyé, un solvant organique ne doit être utilisé qu'à la température ambiante.

5.2 L'échantillon de plastique doit être réduit en petits morceaux, par exemple en le broyant dans un broyeur approprié (4.1) sans que le matériau soit chauffé plus que nécessaire. Dans certains cas, il peut être nécessaire d'ajouter du dioxyde de carbone solide, en vue d'éviter la production de chaleur pendant le broyage. La réduction dimensionnelle peut également être réalisée à l'aide d'une lame de rasoir, une paire de ciseaux ou une lime pour les matériaux durs. La partie de l'échantillon ayant une granulométrie prescrite (voir tableau 1) doit être conservée jusqu'au moment de l'essai dans un flacon fermé. Des films de moins de 0,5 mm d'épaisseur peuvent être découpés en petits fragments pour qu'il soit possible de les placer dans la cartouche.

6 Nombre d'essais

Il faut effectuer au moins deux déterminations.

7 Mode opératoire

Les détails spécifiques du mode opératoire dépendent du matériau à soumettre à l'essai et sont indiqués dans le tableau 1. Le mode opératoire général est décrit ci-après.

7.1 Sécher la cartouche en papier (4.5.1), le panier en fil métallique (4.5.2) ou le creuset filtrant en verre (4.5.3) dans l'étuve (4.11) durant 1 h, à la même température que celle utilisée pour le séchage du plastique essayé. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (4.9) et peser dans un vase à peser fermé.

NOTE 2 Dans des cas spéciaux, il peut être nécessaire d'extraire préalablement la cartouche en utilisant le liquide d'extraction (3.1).

Peser, à 1 mg près, dans la cartouche, le panier ou le creuset, une prise d'essai ayant la masse indiquée dans le tableau 1, la recouvrir de laine de verre (3.3) et placer le tout dans l'appareil d'extraction (4.4). Si la teneur présumée en matières extractibles est inférieure à 0,5 % (*m/m*), augmenter la masse de la prise d'essai de manière à obtenir un résidu d'au moins 25 mg. Verser le volume approprié du liquide d'extraction (3.1) dans le ballon (4.3); on peut y ajouter un ou deux grains de porcelaine poreuse (3.2). Monter l'extracteur et le réfrigérant à reflux (4.6) sur le ballon, et régler le dispositif de chauffage (4.7) de manière que le liquide d'extraction siphonne plusieurs fois par heure si l'on utilise l'extracteur de Soxhlet (4.4.1). En ce qui concerne le nombre de siphonnements et le temps d'extraction, voir tableau 1.

7.2 Selon le type de plastique extrait (voir tableau 1), traiter ultérieurement le résidu conformément à 7.3 et/ou l'extrait conformément à 7.4.

7.3 À la fin de l'extraction, enlever la cartouche, le panier ou le creuset de l'extracteur, le (la) laisser s'égoutter et sécher à l'air, et ensuite le (la) sécher dans les conditions indiquées dans le tableau 1 (dépendant du type de liquide d'extraction). Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (4.9) et peser, à 1 mg près, la cartouche, le panier ou le creuset. Si l'on utilise une cartouche, peser la cartouche et son contenu dans un vase à peser fermé.

7.4 Le liquide d'extraction se trouvant dans le ballon peut être soit distillé jusqu'à environ 20 ml, en utilisant l'évaporateur rotatif (4.10.1) ou l'appareil de distillation (4.10.2), soit transvasé directement dans la coupelle d'évaporation (4.12) préalablement sé-

chée et pesée. Dans le cas d'une distillation de la majeure partie du liquide, transvaser le restant du contenu du ballon dans la coupelle d'évaporation préalablement séchée et pesée. S'il y a des grains de porcelaine poreuse dans le ballon, les enlever par filtration. Laver le ballon à trois reprises avec chaque fois 5 ml du liquide d'extraction, en recueillant le liquide de lavage dans la coupelle d'évaporation.

Sécher l'extrait dans les conditions indiquées dans le tableau 1. Si aucune condition n'est prescrite pour le matériau en essai, placer la coupelle sur un bain d'eau et évaporer complètement le liquide d'extraction; sécher la coupelle contenant l'extrait dans l'étuve à vide (4.11) à 40 °C et sous une pression inférieure ou égale à 3 kPa¹⁾ jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Laisser refroidir la coupelle jusqu'à la température ambiante dans le dessiccateur (4.9) et peser à 0,2 mg près.

7.5 Les liquides et les conditions d'extraction appropriés à plusieurs types de plastiques sont indiqués dans le tableau 1.

8 Expression des résultats

8.1 Calculer la teneur en matières extractibles à l'aide de l'une des formules suivantes:

a) Dans le cas du procédé décrit en 7.3, la teneur en matières extractibles incluant les matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

b) Dans le cas du procédé décrit en 7.4, la teneur en matières extractibles non volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, des matières non extractibles restant dans le récipient d'extraction, après l'extraction;

m_2 est la masse, en grammes, des matières extractibles dans la coupelle d'évaporation.

1) 1 kPa = 0,01 bar

8.2 Répéter l'essai si les deux valeurs individuelles diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, à moins que d'autres valeurs limites ne soient prescrites dans le tableau 1.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car il n'y a pas de résultats interlaboratoires. Une seule donnée de fidélité ne convient pas à cause du nombre de matériaux concernés. Cependant, une précision de ± 5 % peut être attendue.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète du plastique soumis à l'essai;
- c) si ceci n'est pas prescrit dans le tableau 1
 - 1) mode de préparation de l'échantillon pour l'essai,
 - 2) épaisseur de l'échantillon ou dimensions d'ouverture des tamis utilisés,
 - 3) liquide d'extraction,
 - 4) temps d'extraction,
 - 5) conditions de séchage;
- d) valeurs individuelles et moyenne arithmétique du pourcentage en masse de matières extractibles avec une précision de 0,05 % (*m/m*), et formule de calcul utilisée;
- e) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire prescrit.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6427:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be640118-c6a9-478e-a065-21197a890559/iso-6427-1992>