

NORME INTERNATIONALE

ISO
8974

Première édition
1988-12-01



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

Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse

Plastics — Phenolic resins — Determination of residual phenol content by gas chromatography

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 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 8974 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*. Elle est conforme aux règles rédactionnelles prescrites dans l'ISO 2718: 1974, *Plan normalisé de méthode d'analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse*.

Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour le dosage du phénol résiduel dans les résines phénoliques.

Pour le dosage de traces de phénol [moins de 0,5 % (*m/m*)], la présente Norme internationale devra être modifiée.

Pour les résines sodiques, le phénol étant sous forme de phénate et donc non éluable, la méthode n'est plus adaptée.

REMARQUE IMPORTANTE — Les conditions indiquées ci-après sont recommandées, mais il est possible d'en utiliser d'autres dans la mesure où il aura été vérifié qu'elles donnent les mêmes résultats avec une précision du même ordre (par exemple autres détecteurs et colonnes capillaires).

2 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans un solvant approprié, et détermination de la teneur en phénol par chromatographie en phase gazeuse.

3 Produits

3.1 Gaz vecteur: azote.

3.2 Détecteur: hydrogène.

3.3 Étalon interne: *m*-crésol, exempt de phénol, ou anisol, exempt de phénol.

NOTE — Dans le cas où il pourrait y avoir une interférence — par exemple présence de crésol dans la résine — il y aura lieu d'utiliser comme étalon interne l'anisol.

4 Appareillage

4.1 Type de l'appareil

Tout chromatographe de laboratoire équipé d'un détecteur à ionisation de flamme peut convenir. (Voir **REMARQUE IMPORTANTE** à l'article 1.)

4.2 Dispositif d'injection

Microseringue, permettant d'injecter environ 1 µl de la solution préparée en 5.3.1.

4.3 Colonne

4.3.1 Tube

Nature: tube en acier inoxydable

Longueur: 2 m

Diamètre intérieur: 2,2 mm

4.3.2 Remplissage

4.3.2.1 Support: Chromosorb W/AW/DMCS¹⁾, granulométrie: 150 à 180 µm (80 à 100 mesh).

4.3.2.2 Phase stationnaire: Carbowax 20 M²⁾, à raison de 10 g pour 100 g de support sec pour les échantillons exempts d'eau. Une phase stationnaire non polaire doit être prévue pour des échantillons connus comme contenant de l'eau ainsi que pour les résines phénoliques en milieu aqueux, par exemple Silicon rubber OV 1701²⁾.

1) Chromosorb W/AW/DMCS est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

2) Carbowax 20 M et Silicon rubber OV 1701 sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

4.3.3 Conditionnement de la colonne

15 h à 150 °C

4.4 Détecteur

À ionisation de flamme

4.5 Enregistreur

Potentiométrique

5 Mode opératoire

5.1 Réglages de l'appareil

5.1.1 Injecteur

Température: 200 °C

5.1.2 Colonne

5.1.2.1 Température: 150 °C

5.1.2.2 Débit: 30 ml/min

5.1.3 Détecteur

Hydrogène: 30 ml/min

Air: 250 ml/min

5.1.4 Enregistreur: 1 mV pleine échelle

5.2 Étalonnage

Détermination du facteur correctif relatif en masse du phénol par rapport au *m*-crésol ou à l'anisol.

Ce facteur correctif peut être déterminé à l'aide d'un mélange étalon dans des proportions voisines des solutions à analyser et est valable pour toutes concentrations, pour autant que l'analyste opère dans le domaine dynamique de linéarité du détecteur.

$$F(2/1) = \frac{C_2}{C_1} \times \frac{A_1}{A_2}$$

où

$F(2/1)$ est le facteur correctif relatif en masse du phénol par rapport au *m*-crésol ou de l'anisol;

C_2 et C_1 sont les concentrations en masse respectives du phénol (2) et du *m*-crésol ou de l'anisol (1);

A_1 et A_2 sont les aires respectives des pics du *m*-crésol ou de l'anisol (1) et du phénol (2).

5.3 Dosage

5.3.1 Préparation de la solution d'essai

Le solvant utilisé pour la mise en solution de l'échantillon est préférentiellement l'acétone. Dans certains cas, le méthanol, le toluène ou un mélange toluène-acétone à 50 % (V/V) peuvent être avantageusement choisis, sans préjudice pour la séparation chromatographique.

L'étalon interne est le *m*-crésol, mais si la résine contient des constituants qui interfèrent avec le pic du *m*-crésol, l'étalon interne est l'anisol. L'opérateur doit vérifier toutefois l'absence de phénol dans le *m*-crésol ou l'anisol étalon, ainsi que l'absence de *m*-crésol dans la résine soumise à l'essai.

NOTE — En fonction de la teneur, il peut être nécessaire de procéder à une dilution.

Par exemple, pour une concentration comprise entre 0,5 et 5 % (m/m), dissoudre 3 g (m_0) de résine plus 0,25 g (m_1) de *m*-crésol ou d'anisol dans 10,00 ml d'acétone.

5.3.2 Introduction de la solution d'essai

Injecter, à la microsiringue, environ 1 µl de la solution préparée en 5.3.1.

5.3.3 Enregistrement

Procéder à l'enregistrement. Mesurer les aires des pics à l'aide d'un planimètre ou d'un intégrateur.

6 Expression des résultats

6.1 Mode de calcul

La teneur en phénol résiduel, exprimée en pourcentage en masse de phénol, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times F(2/1) \times \frac{A_2}{A_1} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, d'étalon interne (*m*-crésol ou anisol);

$F(2/1)$, A_1 et A_2 ont les mêmes significations qu'en 5.2.

6.2 Fidélité (erreur d'essai)

6.2.1 Teneur en phénol résiduel inférieure ou égale à 2 % (m/m)

Répétabilité: 0,1 % (m/m)

Reproductibilité: 0,2 % (m/m)

6.2.2 Teneur en phénol résiduel supérieure à 2 % (m/m)

Répétabilité: 5 % (en valeur relative)

Reproductibilité: 10 % (en valeur relative)

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de la résine soumise à l'essai;
- c) conditions d'essai, si elles diffèrent de celles prescrites;
- d) résultat de l'essai, comme prescrit dans l'article 6.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8974:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c067ec0d-058d-4a35-acfa-70ea8ed70cfe/iso-8974-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8974:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c067ec0d-058d-4a35-acfa-70ea8ed70cfe/iso-8974-1988>