

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8988

Première édition
1989-03-15

**Plastiques — Résines phénoliques — Dosage de
l'hexaméthylènetétramine**

Plastics — Phenolic resins — Determination of hexamethylenetetramine content



Numéro de référence
ISO 8988 : 1989 (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 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 8988 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

© ISO 1989

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

Plastiques — Résines phénoliques — Dosage de l'hexaméthylènetétramine

1 Généralités

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour le dosage de l'hexaméthylènetétramine dans les résines phénoliques. Les deux méthodes sont équivalentes. La méthode de Kjeldahl prescrite dans l'article 2 n'est pas applicable s'il y a d'autres constituants contenant de l'azote dans la résine phénolique. La méthode à l'acide perchlorique prescrite dans l'article 3 est seulement applicable s'il n'y a pas d'autres additifs basiques ou acides dans la résine.

2 Méthode de Kjeldahl

AVERTISSEMENT — Pour des raisons d'hygiène et de sécurité, le dosage par la méthode de Kjeldahl doit être effectué sous une hotte ventilée.

2.1 Domaine d'application

Le présent article prescrit une méthode pour le dosage de l'azote total, exprimé en hexaméthylènetétramine, dans les résines phénoliques.

2.2 Principe

Transformation de l'hexaméthylènetétramine en sulfate d'ammonium par action à chaud d'acide sulfurique concentré, en présence d'un mélange réactif.

Transformation du sulfate d'ammonium, par action d'hydroxyde de sodium, en sulfate de sodium et ammoniac.

Distillation de l'ammoniac qui est recueilli dans de l'acide chlorhydrique.

Titrage de l'excès d'acide chlorhydrique avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence d'un indicateur coloré.

2.3 Réactifs

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

2.3.1 Acide sulfurique, concentré.

2.3.2 Mélange réactif de Kjeldahl, comprenant 97 g de sulfate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 1,5 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) et 1,5 g de sélénium (Se).

2.3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 30 % (m/m).

2.3.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$.

2.3.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l}$.

2.3.6 Indicateur mixte, solution.

Dissoudre 60 mg de rouge de méthyle et 40 mg de bleu de méthylène dans 100 ml d'éthanol.

2.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

2.4.1 Fiole de Kjeldahl, de 250 ml ou 300 ml de capacité, pour la minéralisation.

2.4.2 Appareil de distillation (divers modèles sont disponibles sur le marché).

2.4.3 Burette, de 50 ml de capacité, graduée en 0,1 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1*).

*) ISO 385-1 : 1984, Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.

2.4.4 Balance, précise à 1 mg.

2.4.5 Grains de carbure de silicium, comme régularisateur d'ébullition.

2.5 Mode opératoire

2.5.1 Minéralisation

Peser environ 1 g à 2 g de résine à 1 mg près dans la fiole de Kjeldahl (2.4.1). Ajouter 5 g de mélange réactif (2.3.2) et 25 ml d'acide sulfurique concentré (2.3.1). Chauffer avec beaucoup de soin jusqu'à ce que le mélange de décomposition, qui initialement est noir ou ambre, devienne clair. Lorsque le mélange est clair, accroître la vitesse de chauffe durant 5 min au-delà du changement de couleur et d'une éventuelle ébullition. Laisser le liquide de décomposition refroidir presque jusqu'à température ambiante, juste avant solidification. Ajouter avec précaution 100 ml d'eau et transvaser la solution de manière totale, en rinçant avec de l'eau, dans le ballon de l'appareil de distillation (2.4.2). Ajouter quelques grains de carbure de silicium (2.4.5) pour éviter toute projection. Ajouter, à cette solution, de la solution d'hydroxyde de sodium à 30 % (m/m) (2.3.3) jusqu'à obtention d'une réaction alcaline. Ensuite, distiller l'ammoniac qui se forme avec la vapeur d'eau en recueillant le distillat dans un récipient contenant 50 ml d'acide chlorhydrique (2.3.4). Environ 300 ml de distillat doivent être recueillis.

2.5.2 Titrage

Lorsque la distillation est complète, ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur mixte (2.3.6) au contenu du récipient de réception du distillat, et titrer l'excès d'acide chlorhydrique avec la solution d'hydroxyde de sodium (2.3.5) contenue dans la burette (2.4.3).

2.6 Expression des résultats

La teneur en hexaméthylènetétramine (HMTA), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,35 (V_0 - V_1)}{m_0}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique (2.3.4) introduit dans le récipient de réception du distillat;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (2.3.5) utilisé pour le titrage en retour;

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

2.7 Reproductibilité

Les résultats sont reproductibles à 0,30 % (m/m) d'hexaméthylènetétramine.

2.8 Nombre de dosages

Effectuer deux dosages. Dans le cas où les résultats d'essai diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, refaire deux autres dosages. Si ce n'est pas le cas, calculer la moyenne arithmétique des deux résultats individuels.

3 Méthode à l'acide perchlorique

3.1 Domaine d'application

Le présent article prescrit une méthode pour le dosage de l'hexaméthylènetétramine (HMTA) dans les résines phénoliques, par titrage direct. Les résultats du dosage peuvent être influencés par la présence d'additifs acides ou basiques. Dans ce cas, l'utilisation de la méthode de Kjeldahl est préférable.

3.2 Principe

Dosage de l'une des fonctions amine tertiaire de l'hexaméthylènetétramine (HMTA) par titrage avec une solution acétonique titrée d'acide perchlorique.

3.3 Réactifs

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

3.3.1 Hexaméthylènetétramine, sèche.

3.3.2 Acétone.

3.3.3 Acide perchlorique, solution à 70 % (V/V).

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique est dangereux en présence de matières organiques car une explosion peut se produire en cas d'excès d'acide perchlorique.

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.4.1 Agitateur magnétique.

3.4.2 Burette automatique, d'un volume nominal au moins égal à 15 ml, gradué en 0,1 ml, avec robinet en polytétrafluoroéthylène.

3.4.3 Bêchers, de 100 ml de capacité.

3.4.4 Éprouvette graduée, de 1 000 ml de capacité.

3.4.5 Balances, précises respectivement à 0,1 mg et 1 mg.

3.4.6 pH-mètre.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Préparation et titrage de la solution acétonique d'acide perchlorique

Diluer 8 ml de la solution d'acide perchlorique (3.3.3) dans l'éprouvette graduée (3.4.4) en complétant à 1 000 ml avec de l'acétone (3.3.2).

Étalonner la solution de titrage ainsi préparée, avec de l'hexaméthylènetétramine (3.3.1) comme décrit ci-après.

Peser, à 0,1 mg près, environ 150 mg à 170 mg d'HMTA (3.3.1) dans un bécher (3.4.3).

Ajouter 30 ml à 40 ml d'acétone (3.3.2) et titrer comme décrit en 3.5.2.

NOTE — Le noircissement de la solution est sans effet sur le résultat du titrage.

Le titre, T , de la solution, exprimé en milligrammes d'HMTA par millilitre, est donné par la formule

$$\frac{m_1}{V_2}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, d'HMTA;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique utilisé pour obtenir un pH juste en dessous de zéro.

3.5.2 Titrage

Peser, à 1 mg près, une masse de résine égale à environ 100 fois le titre déterminé en 3.5.1 dans un bécher de 100 ml. Ajouter 30 ml à 40 ml d'acétone (3.3.2) et placer le bécher sur l'agitateur magnétique (3.4.1) avec un barreau aimanté. Introduire l'électrode de verre et mettre en circuit l'agitateur et le pH-mètre (3.4.6). Après dissolution de la résine, ajouter lentement, goutte à goutte, la solution titrée d'acide perchlorique préparée en 3.5.1 jusqu'à ce que le pH chute soudainement au-dessous de zéro. Étant donné que la résine se dissout plus rapidement dans l'acétone que l'HMTA, le pH peut croître de nouveau au-dessus de zéro car des résidus d'HMTA peuvent

continuer à se dissoudre. Poursuivre le titrage jusqu'à ce que le pH soit constant juste en dessous de zéro.

3.6 Expression des résultats

La teneur en hexaméthylènetétramine (HMTA), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V_2 T \times 100}{m_0}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique utilisé pour le titrage;

T est le titre, exprimé en milligrammes d'HMTA par millilitre, de la solution d'acide perchlorique déterminé en 3.5.1;

m_0 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai.

3.7 Nombre de dosages

Effectuer deux dosages. Dans le cas où les résultats d'essai diffèrent de plus de 5 % en valeur relative, refaire deux autres dosages. Si ce n'est pas le cas, calculer la moyenne arithmétique des deux résultats individuels.

4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée (méthode de Kjeldahl ou méthode à l'acide perchlorique);
- b) identification complète de la résine soumise à l'essai;
- c) teneur en HMTA, exprimée en pourcentage en masse, avec
 - les résultats individuels,
 - la moyenne arithmétique;
- d) date de l'essai.

CDU 678.632 : 543.8 : 547.288.15

Descripteurs : plastique, résine, phénoplaste, analyse chimique, dosage, hexaméthylènetétramine.

Prix basé sur 3 pages
