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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8974:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5a29754-1d45-46a7-b84b-8813d3ced312/iso-8974-1997>



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 8974 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8974:1988), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du phénol résiduel dans les résines phénoliques par chromatographie en phase gazeuse. Les résines alcalines (c'est-à-dire celles qui contiennent des phénates de métal alcalin) ayant un pH > 7 peuvent être soumises au dosage selon la méthode modifiée décrite dans l'annexe A.

2 Principe

Un échantillon pour essai est dissous dans un solvant approprié, et détermination de la teneur en phénol par chromatographie en phase gazeuse.

L'appareillage, les conditions et les matériaux décrits sont appropriés; toutefois, il est possible d'utiliser un appareillage différent et d'autres conditions (par exemple, autres détecteurs et colonnes) dans la mesure où il aura été vérifié qu'ils donnent les mêmes résultats, avec une fidélité du même ordre. Dans le mode opératoire décrit ci-après, on utilise une colonne capillaire et un détecteur à ionisation de flamme.

3 Matériaux

3.1 Gaz vecteur: hydrogène, hélium ou azote.

3.2 Gaz détecteur: hydrogène et air.

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

NOTE — Dans le cas où il pourrait y avoir une interférence (comme la présence de crésol dans la résine), il est conseillé d'utiliser de l'anisol ou de l'octanol comme étalon interne.

4 Appareillage

4.1 Chromatographe

4.1.1 Microseringue, permettant d'injecter environ 0,5 µl de solution d'essai (voir 5.3.1).

4.1.2 Injecteur, avec insert en verre pour capter les substances non volatiles.

4.1.3 Colonne capillaire

Type : Colonne capillaire en quartz.

Longueur : 25 cm.

Diamètre intérieur : 0,32 mm.

Phase stationnaire: par exemple Permabond OV-1701 (Cyanopropylphénylméthylsilane)¹⁾. Conditionner pendant 2 h à 250 °C ± 10 °C avant emploi.

4.1.4 Détecteur à ionisation de flamme.

4.2 Unité informatique, avec imprimante et traceur de courbes intégrés.

5 Mode opératoire

5.1 Conditions opératoires

Température de l'injecteur: 200 °C ± 10 °C.

Température de la colonne: 130 °C ± 2 °C.

Conditions d'écoulement du gaz vecteur (pour l'hydrogène): environ 6 bar, coefficient de partage 1:30 (1 bar = 10⁵ N/m² = 0,1 MPa).

Température du détecteur: 300 °C ± 10 °C.

Débit des gaz de combustion: hydrogène: 40 ml/min ± 1 ml/min;
air: 400 ml/min ± 10 ml/min.

Intégrateur programmé avec les données nécessaires relevées en 5.2 et 6.1.

5.2 Étalonnage

Le facteur de correction, exprimé sous la forme du rapport de la masse de phénol à celle de l'étalon interne, doit être déterminé en utilisant un mélange étalon dans des proportions semblables à celles de la solution à analyser. Ce facteur est valable pour toutes les concentrations à l'intérieur du domaine de linéarité du détecteur:

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

1) Le Permabond OV 1701 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et n'implique pas l'approbation de ce produit par l'ISO.

où

$F(2/1)$ est le facteur de correction, exprimé sous la forme du rapport de la masse de phénol à celle de l'étalon interne;

C_2 et C_1 sont, respectivement, les concentrations en masse de phénol (2) et d'étalon interne (1);

A_1 et A_2 sont, respectivement, les aires des pics de l'étalon interne (1) et du phénol (2).

5.3 Dosage

5.3.1 Préparation de la solution d'essai (voir aussi annexe A)

Le solvant à privilégier pour la mise en solution de l'échantillon est l'acétone. Le méthanol, le toluène ou un mélange toluène-acétone à 50 % (V/V) peuvent être utilisés sans préjudice pour la séparation chromatographique.

Utiliser du *m*-crésol exempt de phénol comme étalon interne, à moins que l'on ait constaté que la résine contient un matériau (en particulier le *m*-crésol) qui empêche d'utiliser ce dernier comme étalon interne. Dans ce cas, utiliser de l'anisol exempt de phénol ou de l'octanol comme étalon interne.

EXEMPLE

Pour une concentration en phénol comprise entre 0,5 % (m/m) et 5 % (m/m), peser, à 1 mg près, 0,5 g (m_0) de résine, puis 0,05 g (m_1) d'étalon interne et verser dans 10 ml d'acétone. Pour toute autre concentration de phénol, voir le tableau suivant.

Teneur en phénol % (m/m)	Masse de résine g
< 0,5	1
0,5 à 10	0,5
> 10	0,25

5.3.2 Injection de la prise d'essai

Injecter, à la microseringue, environ 0,5 µl de la solution préparée conformément à 5.3.1.

5.3.3 Enregistrement des résultats

Cela sera fait automatiquement par l'intégrateur.

5.3.4 Nombre de dosages

Effectuer trois dosages.

6 Expression des résultats

6.1 Méthode de calcul

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

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de résine;

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

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

6.2 Fidélité (erreur d'essai)

6.2.1 Répétabilité (*r*)

La valeur en deçà de laquelle on peut supposer que la différence entre deux résultats d'essai distincts, équivalant chacun à la moyenne des résultats dupliqués, obtenue par un même opérateur suivant la méthode d'essai normalisée en une courte période de temps sur un matériau identique, dans un même laboratoire, se situera avec une probabilité de 95 % est 5 % (en valeur relative).

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2.2 Reproductibilité (*R*)

La valeur en deçà de laquelle on peut supposer que la différence entre deux résultats d'essai équivalant chacun à la moyenne des résultats dupliqués, obtenue par plusieurs opérateurs sur des matériaux identiques dans des laboratoires différents, suivant la méthode d'essai normalisée, se situera avec une probabilité de 95 % est 10 % (en valeur relative).

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de la résine soumise à l'essai;
- conditions d'essai, si elles diffèrent de celles proposées;
- résultats individuels, comme prescrit dans l'article 6, et leur moyenne;
- la date de l'essai.

Annexe A
(normative)

Méthode modifiée pour les résines alcalines

Neutraliser les résines alcalines lors de la préparation de la solution d'essai, puis procéder au dosage comme pour les résines acides.

EXEMPLE:

Un échantillon de 2,5 g de résine est pesé à 1 mg près dans un ballon en verre de 50 ml. Du méthanol (30 ml) est ajouté, l'échantillon est dissous par agitation et le pH ajusté à 6,5 à 7,0 au moyen d'un pH-mètre par l'ajout d'acide sulfurique à 15 %.

Une quantité d'étalon interne fonction du niveau présumé de phénol est pesée dans le ballon (voir 5.3.1).

Le mode opératoire est ensuite suivi conformément à la description donnée en 5.3.2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8974:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5a29754-1d45-46a7-b84b-8813d3ced312/iso-8974-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5a29754-1d45-46a7-b84b-8813d3ced312/iso-8974-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8974:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5a29754-1d45-46a7-b84b-8813d3ced312/iso-8974-1997>

ICS 83.080.10

Descripteurs: plastique, résine thermodurcissable, phénoplaste, analyse chimique, dosage, résidu chimique, hydroxybenzène, chromatographie en phase gazeuse.

Prix basé sur 5 pages
