
**Plastiques — Résines phénoliques —
Dosage du formaldéhyde libre — Méthode
au chlorhydrate d'hydroxylamine**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Plastics — Phenolic resins — Determination of free-formaldehyde
content — Hydroxylamine hydrochloride method*

[ISO 9397:1995](#)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/926150ce-a499-4ede-a41f-738055edc8ee/iso-9397-1995>



Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du formaldéhyde libre — Méthode au chlorhydrate d'hydroxylamine

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour le dosage du formaldéhyde libre dans les résines phénoliques, en solution aqueuse et en solution organique.

La méthode est applicable aux résines phénoliques dont la teneur en formaldéhyde libre est inférieure ou égale à 15 % (m/m). Pour des teneurs comprises entre 15 % (m/m) et 30 % (m/m), il y a lieu d'ajuster en conséquence la concentration des solutions titrées. Cette méthode ne doit pas être utilisée en présence d'hexaméthylènetétramine.

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 9020:1994, *Liants pour peintures et vernis — Dosage du formaldéhyde libre dans les résines aminoplastes — Méthode titrimétrique au sulfite de sodium* (Publiée actuellement en anglais seulement).

ISO 11402:1993, *Plastiques — Résines de condensation — Détermination du formaldéhyde libre.*

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,

3 Choix des méthodes

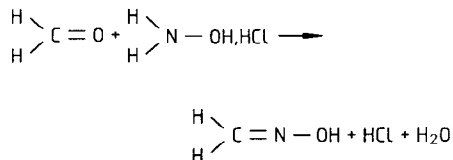
Les méthodes disponibles pour le dosage du formaldéhyde libre dans les résines sont résumées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Choix des méthodes

Méthode	Appropriée à l'essai des	À réaliser conformément à
Méthode au chlorhydrate	Résines phénoliques et résines furanniques (non modifiées par une résine urée ou mélamine)	ISO 9397
Méthode au sulfite de sodium	Résines urée, résines mélamine, résines furanniques, résines urée-formaldéhyde et résines furanne-urée	ISO 9020
Méthode au KCN	Résines mélamine-phénol, résines urée-phénol et résines urée-mélamine-phénol	ISO 11402

4 Principe

Le formaldéhyde libre présent dans une prise d'essai est transformé en oxime par le chlorhydrate d'hydroxylamine. L'acide chlorhydrique formé au cours de cette réaction est déterminé par titrage potentiométrique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium.



Réaction d'oximation

5 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.

5.1 Chlorhydrate d'hydroxylamine, solution à 10 % (m/m) dont le pH a été ajusté à 3,5 par addition de solution d'hydroxyde de sodium.

5.2 Hydroxyde de sodium, solutions titrées, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ et $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.3 Acide chlorhydrique, solutions titrées, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ et $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4 Méthanol, exempt d'aldéhyde et de cétone.

5.5 Propanol-2, exempt d'aldéhyde et de cétone.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Balance, précise à 0,1 mg.

6.2 pH-mètre, sensible à 0,1 unité de pH, équipé d'une électrode indicatrice en verre et d'une électrode servant de référence au calomel.

6.3 Agitateur magnétique.

6.4 Burettes graduées, de 10 ml et 25 ml de capacité respective; cette dernière sera employée dans le cas où la teneur en formaldéhyde est supérieure à 5 % (m/m).

7 Mode opératoire

7.1 Température d'essai

Effectuer l'essai à une température de $23 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, dans un bécher de 250 ml, une masse de résine phénolique à analyser (de 1 g à 5 g, en fonction de la teneur présumée en formaldéhyde) (voir tableau 2).

Tableau 2

Teneur présumée en formaldéhyde % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
< 2	5,0 ± 0,2
2 à 4	3,0 ± 0,2
> 4	1 à 2

7.3 Dosage

Ajouter au contenu du bécher, 50 ml de méthanol (5.4), ou 50 ml d'un mélange formé de 3 volumes de propanol-2 (5.5) et 1 volume d'eau, et agiter à l'aide de l'agitateur magnétique (6.3). Attendre que la dissolution de la résine (ou l'homogénéisation) soit totale et que la température soit stabilisée à $23 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$.

Introduire les électrodes (6.2) dans la solution et, à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (pour les résines neutralisées) ou 1 mol/l (pour les résines très alcalinisées) (5.3), amener le pH de la solution à 3,5.

Introduire ensuite, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (5.1), préalablement portée à la température d'essai, soit $23 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$.

Agiter durant $10 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$.

Titre rapidement à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (ou 0,1 mol/l pour une faible teneur en formaldéhyde) (5.2) contenue dans une burette de capacité appropriée (6.4), en ramenant le pH à 3,5.

7.4 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en em-

ployant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en formaldéhyde libre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3c(V_1 - V_0)}{m}$$

où

- c est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2) utilisée;
- V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2) utilisé pour l'essai à blanc (7.4);
- V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2) utilisé pour le dosage (7.3);

8.2 Fidélité

Répétabilité: 0,2 % (m/m) (indépendante de la teneur en formaldéhyde de l'échantillon)

Reproductibilité: 0,4 % (m/m)

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de la résine soumise à l'essai;
- c) résultat de l'essai, comme prescrit en 8.1 ;
- d) date de l'essai.

ISO 9397:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/926150ce-a499-4ede-a41f-738055edc8ee/iso-9397-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9397:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/926150ce-a499-4ede-a41f-738055edc8ee/iso-9397-1995>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9397:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/926150ce-a499-4ede-a41f-738055edc8ee/iso-9397-1995>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9397:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/926150ce-a499-4ede-a41f-738055edc8ee/iso-9397-1995>

ICS 83.080.10

Descripteurs: plastique, résine thermodurcissable, phénoplaste, analyse chimique, dosage, formaldéhyde.

Prix basé sur 3 pages
