
Norme internationale



3451/1

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

**Plastiques — Détermination du taux de cendres —
Partie 1 : Méthodes générales**

Plastics — Determination of ash — Part 1 : General methods

Deuxième édition — 1981-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3451-1:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5015e18-5d65-4e0f-add7-cc716afb2234/iso-3451-1-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5015e18-5d65-4e0f-add7-cc716afb2234/iso-3451-1-1981>

CDU 678.5/.8 : 543 : 822

Réf. n° : ISO 3451/1-1981 (F)

Descripteurs : matière plastique, acétate de cellulose, acétate de cellulose non plastifié, détermination, cendre.

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 3451/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 3451-1976), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R. F.	Iran	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Belgique	Israël	Suède
Chili	Italie	Suisse
Espagne	Mexique	Thaïlande
Finlande	Nouvelle-Zélande	Turquie
France	Pays-Bas	URSS
Hongrie	Pologne	USA
Inde	Portugal	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1 : Méthodes générales

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3451 spécifie des méthodes générales, dans des conditions d'essai appropriées, de détermination du taux de cendres d'une gamme de plastiques (résines et compositions). Les conditions particulières choisies peuvent être incluses dans la spécification de la matière plastique en question.

NOTE — Des conditions particulières applicables aux plastiques renforcés avec des fibres de verre et/ou contenant certaines charges seront spécifiées dans des parties ultérieures de l'ISO 3451 relatives aux types spécifiques de plastiques.

2 Principe

Il est possible de déterminer les cendres d'une matière organique selon trois méthodes principales :

a) Calcination directe, c'est-à-dire en brûlant la substance organique et en traitant le résidu à température élevée jusqu'à l'obtention d'une masse constante. (Méthode A.)

b) Calcination après sulfatation, qui peut être effectuée de deux façons différentes :

— Avec traitement à l'acide sulfurique après combustion, c'est-à-dire en brûlant la substance organique et en transformant le résidu inorganique en sulfates par de l'acide sulfurique concentré, puis en traitant le résidu à température élevée jusqu'à l'obtention d'une masse constante. C'est la méthode habituelle d'obtention des «cendres sulfatées». (Méthode B.)

— Avec traitement à l'acide sulfurique avant combustion, c'est-à-dire en chauffant la substance organique avec de l'acide sulfurique concentré jusqu'à une température où il y a développement de fumées et combustion de la substance organique; finalement, le résidu est traité à température élevée jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Ce procédé peut être appliqué si des halogénures de métaux volatils sont susceptibles de s'évaporer pendant la combustion de la substance organique. Il ne doit jamais être appliqué pour des silicones ou des polymères fluorés. (Méthode C.)

Dans chaque cas, le stade final de l'opération est une calcination effectuée à 600 °C, 750 °C, 850 °C, ou 950 °C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante (voir 5.2).

3 Réactifs (uniquement pour les méthodes B et C)

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.

3.1 Carbonate d'ammonium, anhydre.

3.2 Nitrate d'ammonium, solution à 10 % (m/m) environ.

3.3 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/ml, solution ≥ 98 % (m/m) environ.

3.4 Acide sulfurique, solution à 50 % (V/V).

4 Appareillage

4.1 Creuset, en quartz, en porcelaine ou en platine, inerte vis-à-vis du matériau essayé.

4.2 Brûleur à gaz, ou autre source de chaleur appropriée.

4.3 Four à moufle, réglable à 600 ± 25 °C, 750 ± 50 °C, 805 ± 50 °C, ou 950 ± 50 °C, selon le cas.

4.4 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

4.5 Pipettes, de capacité appropriée (uniquement pour les méthodes B et C).

4.6 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace n'ayant pas d'influence chimique sur les cendres.

NOTE — Dans certains cas, l'affinité des cendres pour l'eau peut dépasser celle des substances couramment utilisées en tant qu'agents déshydratants.

4.7 Vase à peser.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Prélever une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour produire 5 à 50 mg de cendres. Si le taux approximatif de cendres n'est pas connu, en effectuer une détermination préliminaire.

NOTE — En fonction du résultat obtenu, choisir la prise d'essai à utiliser d'après le tableau suivant.

Taux approximatif de cendres	Prise d'essai	Masse de cendres obtenues
%	g	mg
< 0,01	200 min.	5 à 50
> 0,01 à 0,05	100	10 à 50
> 0,05 à 0,1	50	25 à 50
> 0,1 à 0,2	25	25 à 50
> 0,2	10 max.	20 à 50

Pour les plastiques produisant très peu de cendres, cela demande la mise en œuvre de prises d'essai assez importantes. Lorsqu'il est impossible de brûler la totalité de la prise d'essai en une fois, peser la quantité nécessaire dans un vase à peser de volume approprié et l'introduire dans le creuset (4.1), par portions d'importance appropriée, pour une succession de combustions jusqu'à combustion de la totalité de la prise d'essai.

5.2 Conditions d'essai

La calcination doit être poursuivie jusqu'à masse constante, telle qu'elle est définie en 5.3.6, mais la durée de la calcination dans le four à moufle (4.3) ne doit pas dépasser 3 h à la température spécifiée.

Les choix de la température de calcination et de l'emploi ou non de la méthode avec sulfatation dépendent de la nature du plastique à analyser et des adjuvants qu'il est susceptible de contenir. Si un choix est possible entre plusieurs conditions également satisfaisantes, donner la préférence à celles permettant l'obtention d'une masse constante en moins de 3 h. Une température supérieure ou l'emploi de la sulfatation permet généralement de raccourcir la durée de la calcination.

Quelle que soit la méthode utilisée — A, B ou C — choisir l'une des gammes de température suivantes pour le stade final de la calcination, à moins que d'autres températures ne soient requises pour des raisons impérieuses, techniques ou commerciales :

600 ± 25 °C, 750 ± 50 °C, 850 ± 50 °C, 950 ± 50 °C.

5.3 Méthode A — Calcination directe

5.3.1 Préparer le creuset (4.1) en le portant dans le four à moufle (4.3) à la température d'essai jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Le laisser refroidir ensuite dans le dessiccateur (4.6) à la température ambiante durant au moins 1 h et le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (4.4).

5.3.2 Introduire, dans le vase à peser (4.7) taré, la prise d'essai préséchée comme décrit dans la spécification correspondant au matériau ou de taux de matières volatiles connu, quantité correspondant à une production de 5 à 50 mg de cendres. Peser à nouveau, à 0,1 mg ou à 0,1 % de la masse de la prise d'essai. Dans le cas où la prise d'essai correspondant à une production de 5 à 50 mg de cendres peut être introduite dans le creuset en une fois, on peut l'introduire directement dans le creuset et faire la pesée dans celui-ci. Les matériaux très volumineux peuvent être comprimés en pastilles qui peuvent ensuite être cassées en fragments de grandeur appropriée.

5.3.3 Introduire suffisamment de matériau à calciner dans le creuset de sorte que celui-ci ne soit pas rempli à plus de la moitié. Chauffer le creuset directement sur le brûleur ou une autre source de chaleur appropriée (4.2), pour brûler lentement. La combustion ne doit pas être trop vive pour éviter la perte de particules de cendres. Refroidir et rajouter dans le creuset une autre partie de la prise d'essai. Répéter l'opération décrite ci-dessus jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consommée.

5.3.4 Introduire le creuset dans le four à moufle chauffé au préalable à la température prescrite et calciner durant 30 min.

5.3.5 Placer le creuset dans le dessiccateur, l'y laisser refroidir à la température ambiante durant 1 h et le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (4.4).

5.3.6 Calciner à nouveau, dans les mêmes conditions, jusqu'à l'obtention d'une masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que les résultats de deux pesées ~~successives~~ consécutives ne diffèrent pas entre eux de plus de 0,5 mg.

5.4 Méthode B — Calcination après traitement à l'acide sulfurique après combustion

5.4.1 Procéder comme spécifié en 5.3.1, 5.3.2 et 5.3.3.

5.4.2 Après refroidissement, ajouter, goutte à goutte, à l'aide d'une pipette de capacité appropriée (4.5), la solution d'acide sulfurique (3.4) de façon à humecter complètement le résidu; chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit terminé, en évitant une ébullition trop vive.

5.4.3 S'il reste des traces noires de matières charbonneuses, après refroidissement, ajouter 1 à 5 gouttes de la solution de nitrate d'ammonium (3.2) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches soit complètement terminé.

5.4.4 Pour transformer en sulfates les oxydes métalliques qui auraient pu se former pendant les opérations précédentes, ajouter, après refroidissement, environ 5 gouttes de l'acide sulfurique concentré (3.3) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches soit terminé, en évitant une ébullition trop vive ou la perte de cendres par fumée excessive.

5.4.5 Après refroidissement, ajouter 1 à 2 g du carbonate d'ammonium solide (3.1), et chauffer le tout en évitant les pertes de cendres et jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit

terminé. Puis introduire le creuset dans le four à moufle chauffé au préalable à la température prescrite et procéder comme spécifié en 5.3.4, 5.3.5 et 5.3.6.

5.5 Méthode C — Calcination après traitement à l'acide sulfurique avant combustion

5.5.1 Procéder comme spécifié en 5.3.1 et 5.3.2.

5.5.2 Introduire suffisamment de matériau à calciner dans le creuset de sorte que celui-ci ne soit pas rempli à plus de la moitié. Ajouter, à l'aide d'une pipette (4.5), une quantité suffisante de l'acide sulfurique concentré (3.3) de façon à humecter complètement le matériau. Couvrir le creuset d'un verre de montre. Chauffer le creuset, à petite flamme, directement sur le brûleur, jusqu'à ce que la matière organique commence à se décomposer.

Poursuivre le chauffage avec précaution en déplaçant légèrement le verre de montre pour chasser l'acide complètement, en s'assurant de ne rien perdre qui produise des cendres. Dans le cas d'un plastique qui a tendance à perdre de la matière produisant des cendres, il est recommandé de placer le creuset et son contenu dans un trou ménagé dans un carton-amiante et de chauffer à petite flamme pour obtenir une combustion lente de la matière organique sans l'enflammer. Si la charge initiale contenue dans le creuset était insuffisante pour produire une masse acceptable de cendres, laisser refroidir le creuset, ajouter une autre partie de la prise d'essai et répéter l'opération décrite ci-dessus jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consommée dans le creuset. Enlever le verre de montre en s'assurant qu'il n'y ait pas de particules qui y adhèrent.

NOTE — Une difficulté peut se présenter du fait que, lorsqu'on chauffe, l'acide sulfurique concentré est susceptible de passer par capillarité sur le bord du creuset, sur sa paroi extérieure. Dans ce cas, et également lorsque la prise d'essai brûle ou se consume si violemment qu'on obtient des pertes malgré les précautions citées (ce qui s'observe souvent avec du PVC), l'acide sulfurique concentré peut être remplacé par un mélange d'acide acétique concentré et d'acide sulfurique concentré. L'emploi de ces acides mélangés devra faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

5.5.3 Procéder comme spécifié en 5.4.3, 5.4.4 et 5.4.5.

6 Nombre d'essais

Le nombre d'essais et la dispersion permise des résultats doivent être mentionnés dans la norme particulière à chaque matériau. Si ces indications manquent, il faut effectuer deux déterminations et, si nécessaire, répéter l'essai autant de fois qu'il est nécessaire, jusqu'à ce que les résultats de deux déterminations successives ne diffèrent pas entre eux de plus de 10 % de leur moyenne.

7 Expression des résultats

Le taux de cendres ou de cendres sulfatées, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de cendres obtenues.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la présente Norme internationale;
- identification complète du matériau soumis à l'essai;
- référence de la méthode utilisée (A, B ou C) et, le cas échéant, du procédé au mélange d'acides sulfurique et acétique (voir la note en 5.5.2);
- température de calcination adoptée;
- nombre et masses des prises d'essai utilisées;
- résultats du taux de cendres et leur dispersion.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-1:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5015e18-5d65-4e0f-add7-cc716afb2234/iso-3451-1-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-1:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5015e18-5d65-4e0f-add7-cc716afb2234/iso-3451-1-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-1:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e5015e18-5d65-4e0f-add7-cc716afb2234/iso-3451-1-1981>