

---

---

**Plastiques — Pièces moulées à base de  
phénoplastes — Dosage de l'ammoniac  
libre et des composés ammoniacaux —  
Méthode à l'indophénol**

*Plastics — Phenol-formaldehyde mouldings — Determination of free  
ammonia and ammonium compounds — Indophenol method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 14849:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999>



## Sommaire

1	Domaine d'application.....	1
2	Références normatives .....	1
3	Termes et définitions.....	1
4	Principe.....	2
5	Réactifs .....	2
6	Appareillage .....	3
7	Préparation de l'échantillon pour essai.....	4
8	Mode opératoire.....	4
9	Expression des résultats .....	8
10	Fidélité .....	8
11	Rapport d'essai .....	8

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 14849:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999>

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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 14849 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 14849:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 14849:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999>

# Plastiques — Pièces moulées à base de phénoplastes — Dosage de l'ammoniac libre et des composés ammoniacaux — Méthode à l'indophénol

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de comparaison colorimétrique permettant de doser l'ammoniac et les composés ammoniacaux dans les pièces moulées à base de phénoplastes.

NOTE La présente Norme internationale ne fournit pas une mesure absolue de la quantité existante d'ammoniac.

La teneur en ammoniac d'un article moulé présente une importance lorsqu'on considère la corrosion d'inserts métalliques ou la contamination de denrées alimentaires en contact avec l'article en question.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 835-2:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 2: Pipettes sans temps d'attente.*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 4788:1980, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **ammoniac libre**

ammoniac présent sous forme de  $\text{NH}_3$  dans les pièces moulées à base de phénoplastes

## 3.2

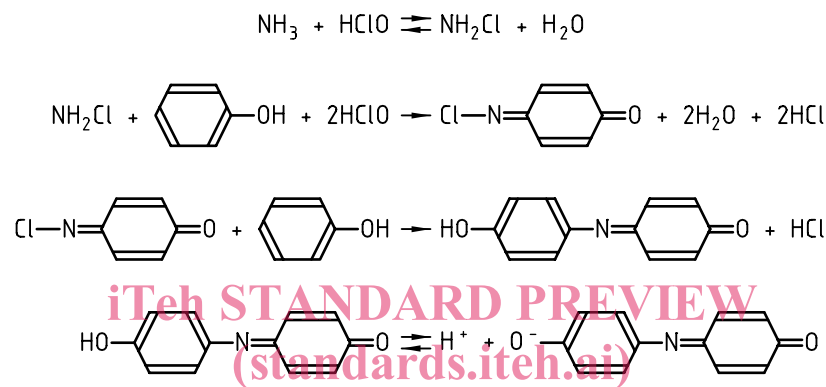
**composé ammoniacal**

sel ammoniacal, présent dans les pièces moulées à base de phénoplastes, qui a été produit par la réaction de l'ammoniac avec de l'acide

NOTE Dans la présente méthode d'essai, les composés ammoniacaux sont mesurés sous forme de  $\text{NH}_3$

## 4 Principe

L'ammoniac présent dans une prise d'essai de pièces moulées, réduites en poudre, est extrait par chauffage avec de l'eau. L'extrait est alors distillé en conditions alcalines en présence d'ions hypochloreux. L'ammoniac présent dans le distillat est déterminé en procédant au mesurage de l'absorbance spectrophotométrique du bleu d'indophénol produit par la réaction avec le phénol en présence d'ions hypochloreux. Les réactions sont les suivantes:



Bleu d'indophénol

ISO 14849:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999>

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs exempts d'ammoniac et de qualité analytique reconnue, ainsi que de l'eau distillée exempte d'ammoniac de la qualité 3 spécifiée dans l'ISO 3696.

## 5.1 Permanganate de potassium.

## 5.2 Hydroxyde de sodium, solution à 2 % en masse.

## 5.3 Solution d'EDTA.

Mettre en solution 5 g de sel disodique dihydraté de l'acide éthylènediaminetétraacétique dans 100 ml d'eau.

## 5.4 Solution de phénolate de sodium.

Mettre en solution 20 g d'hydroxyde de sodium dans 100 ml d'eau. Puis, mettre en solution 25 g de phénol dans 55 ml de cette solution d'hydroxyde de sodium. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante et ajouter 6 ml d'acétone. Diluer la solution obtenue à 200 ml avec de l'eau.

Étant donné que la solution de phénolate de sodium peut absorber le dioxyde de carbone contenu dans l'air, la préparer immédiatement avant son utilisation.

## 5.5 Solution d'hypochlorite de sodium (concentration de chlore disponible: 0,01 g/ml).

Déterminer la concentration de chlore disponible dans une solution d'hypochlorite de sodium (concentration de chlore disponible comprise entre 0,05 g/ml et 0,12 g/ml) et diluer avec de l'eau de sorte que la concentration de chlore revienne à environ 0,01 g/ml.

L'hypochlorite de sodium ayant tendance à se décomposer, préparer la solution immédiatement avant son utilisation.

Déterminer la concentration réelle de chlore disponible dans la solution d'hypochlorite de sodium de la façon suivante:

Verser 10 ml de la solution dans une fiole jaugée de 200 ml (6.8) et compléter au trait repère avec de l'eau.

Transférer 10 ml de la solution ainsi obtenue dans la fiole conique (6.9). Diluer avec 90 ml d'eau pour obtenir un volume total de 100 ml. Ajouter de 1 g à 2 g d'iodure de potassium et 6 ml d'acide acétique dilué 1 + 1 au contenu de la fiole conique, puis la boucher hermétiquement. Homogénéiser le mélange en agitant la fiole.

Placer la fiole contenant le mélange dans l'obscurité et l'y maintenir pendant environ 5 min, puis titrer le contenu avec la solution d'hyposulfite de sodium à 0,05 mol/l (5.7). Quand la solution jaune s'éclaircit, ajouter environ 2 ml d'empois d'amidon (5.8) et poursuivre le titrage jusqu'à disparition du bleu de l'iodure d'amidon.

Parallèlement, utiliser 10 ml d'eau pour effectuer un essai à blanc et corriger le volume de titrage en effectuant la même opération.

Calculer la concentration de chlore disponible  $N$ , exprimée en grammes par millilitre, dans la solution d'hypochlorite de sodium à l'aide de l'équation

$$N = V_2 \times f \times \frac{200}{10} \times \frac{1}{V_1} \times 0,001\,773$$

où

- $V_1$  est le volume, en millilitres, de solution d'hypochlorite de sodium introduit dans la fiole conique (soit 10 ml);
- $V_2$  est le volume, en millilitres, de solution d'hyposulfite de sodium à 0,05 mol/l nécessaire pour le titrage;
- $f$  est un facteur de correction dans le cas où la concentration de la solution d'hyposulfite de sodium n'est pas exactement de 0,05 mol/l;
- 0,001 773 est la masse, en grammes, de chlore correspondant à 1 ml de solution d'hyposulfite de sodium à 0,05 mol/l.

### 5.6 Solution étalon d'ammoniac, $\rho(\text{NH}_3) = 0,01$ mg/ml.

Introduire 3,141 g  $\pm$  0,001 g de chlorure d'ammonium séché jusqu'à obtention d'une masse constante à 105 °C (pendant au moins 2 h), dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau. Transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

### 5.7 Solution d'hyposulfite de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05$ mol/l.

Mettre en solution 7,906 g d'hyposulfite de sodium dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

### 5.8 Empois d'amidon.

Mettre en solution 1 g d'amidon soluble dans 100 ml d'eau.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Dispositif permettant de réduire en poudre les pièces moulées**, par exemple: perceuse, lime, broyeur à billes, mortier et pilon.

**6.2 Tamis**, ayant une ouverture de mailles nominale de 250  $\mu\text{m}$  conforme à l'ISO 565.

**6.3 Balances analytiques**, dont l'une a une précision de 0,01 g et l'autre de 0,001 g.

- 6.4 Firole**, de 100 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.
- 6.5 Éprouvettes graduées à pied**, l'une de 100 ml de capacité et l'autre de 50 ml de capacité, munies chacune d'un bouchon en verre rodé, toutes deux conformes à l'ISO 4788.
- 6.6 Filtre en verre**, série de porosité P 160 conforme à l'ISO 4793, ou **papier filtre** pour filtration rapide.
- 6.7 Pipette jaugée à un trait**, de 10 ml de capacité, de classe A selon l'ISO 648, et **pipette graduée**, de 10 ml de capacité, de classe A selon l'ISO 835-2.
- 6.8 Fioles jaugées à un trait**, de 50 ml, 200 ml et 1 000 ml de capacité respective, de classe A selon l'ISO 1042.
- 6.9 Firole conique**, de 300 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.
- 6.10 Appareil à distiller**, tel que représenté à la Figure 1 ou à la Figure 2.
- 6.11 Photomètre**, ou **spectrophotomètre**.

## 7 Préparation de l'échantillon pour essai

Réduire en poudre un échantillon représentatif de la pièce moulée, par limage, broyage, meulage ou perçage, en veillant à ne pas provoquer d'échauffement excessif du matériau. Tamiser la poudre au moyen du tamis (6.2). N'utiliser, comme échantillon pour essai, que la fraction passant au travers du tamis. Conserver l'échantillon pour essai dans un flacon hermétiquement bouché et commencer le mode opératoire d'extraction décrit dans l'article 8 dans l'heure qui suit sa préparation.

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Extraction

ISO 14849:1999

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999)

[42033a5df6e1/iso-14849-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/763067ce-36d6-4c9c-8f02-42033a5df6e1/iso-14849-1999)

Peser  $5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  de matériau tamisé (voir article 7) à  $0,01 \text{ g}$  près. Mettre cette prise d'essai dans la fiole de 100 ml (6.4). Ajouter 50 ml d'eau, chauffée à au moins  $90 \text{ }^\circ\text{C}$ , en utilisant une éprouvette graduée à pied de 100 ml (6.5) et boucher immédiatement la fiole. Agiter de façon à bien mouiller la poudre.

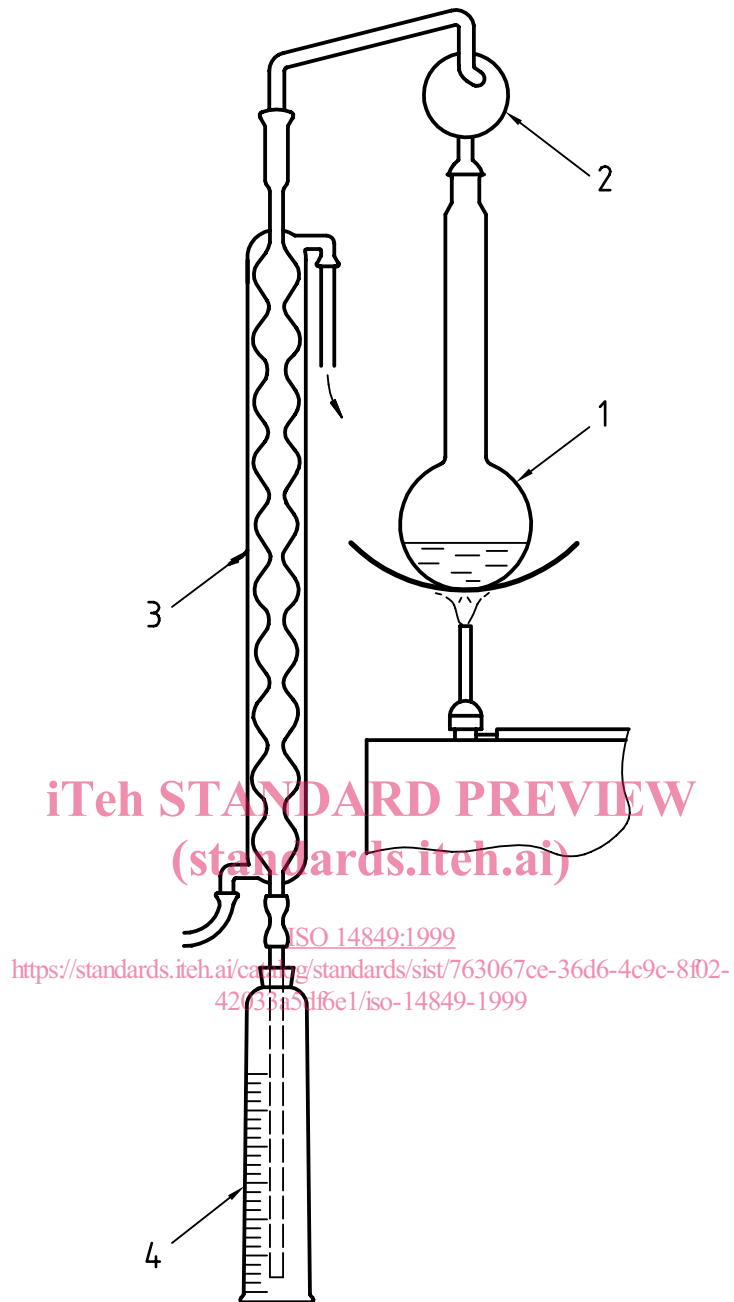
Laisser refroidir à température ambiante pendant 1 h en agitant de temps en temps. Au moyen du filtre en verre ou du papier filtre (6.6), filtrer le contenu de la fiole sans aspiration.

### 8.2 Distillation

Transférer, à l'aide d'une pipette (6.7), 10 ml d'extrait filtré dans le ballon à distiller de 250 ml (voir Figure 1 ou Figure 2). Ajouter 1 g de permanganate de potassium (5.1) et 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.2). Au moyen de l'appareil représenté à la Figure 1 ou à la Figure 2, distiller doucement le mélange en recueillant les 15 premiers millilitres du distillat dans une éprouvette graduée à pied de 50 ml (6.5). Compléter à 25 ml avec de l'eau.

NOTE Si le permanganate de potassium perd sa coloration pourpre, il convient d'en ajouter pour maintenir la coloration.



**Légende**

- 1 Ballon à distiller (250 ml)
- 2 Boule piège de type Kjeldahl
- 3 Réfrigérant
- 4 Éprouvette graduée à pied

Figure 1 — Exemple d'appareil à distiller (simple distillation)