

---

---

**Plastiques — Homopolymères et  
copolymères de chlorure de vinyle —  
Dosage du chlore**

*Plastics — Vinyl chloride homopolymers and copolymers — Determination  
of chlorine content*

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

[ISO 1158:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998>



## 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 1158 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1158:1984), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1998

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 — Homopolymères et copolymères de chlorure de vinyle — Dosage du chlore

**AVERTISSEMENT** — Toutes précautions doivent être prises, en particulier celles mentionnées dans le texte de la présente Norme internationale, pour prémunir les opérateurs contre les risques présentés par les deux méthodes.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour le dosage du chlore dans les homopolymères et copolymères de chlorure de vinyle ne contenant ni plastifiants, ni additifs, à savoir:

- méthode A (combustion dans une bombe); [ISO 1158:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998)
- méthode B (combustion dans un ballon); <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998>

## 2 Principe

Une prise d'essai est oxydée par le peroxyde de sodium (méthode A) ou par l'oxygène gazeux (méthode B) et les chlorures résultants sont dosée par titrage potentiométrique ou volumétrique.

## 3 Réactifs

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

**3.1 Nitrate d'argent**, solution titrée,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$  ou  $0,05 \text{ mol/l}$ .

**3.2 Acide nitrique**, solution,  $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$ .

*Pour la méthode A seulement:*

**3.3 Acide nitrique**, concentré.

**3.4 Peroxyde de sodium**, sous la forme de granulés.

**3.5 Amidon, sucre** ou **éthylène glycol**, en tant qu'auxiliaires de combustion.

Pour la méthode B seulement:

**3.6 Oxygène gazeux.**

**3.7 Nitrate de sodium.**

**3.8 Hydroxyde de potassium,** solution à 100 g/l.

**3.9 Peroxyde d'hydrogène,** solution à 300 g/l.

## 4 Appareillage

**4.1 Étuve à dessiccation,** pouvant être maintenue à une température de  $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  ou  $75\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

**4.2 Balance,** précise à 0,1 mg (méthode A) ou à 0,01 mg (méthode B).

**4.3 Matériel pour titrage Volhard ou pour titrage potentiométrique,** comprenant une burette d'une capacité et d'une justesse appropriées à la méthode choisie (A ou B).

Pour la méthode A seulement:

**4.4 Bombe à combustion** (par exemple: bombe de Parr ou toute autre bombe donnant les mêmes résultats) à allumage à gaz ou électrique. Un exemple de bombe appropriée à allumage à gaz est représenté à la figure 1.

**4.5 Creuset en nickel avec couvercle** (pour la bombe à allumage à gaz), à placer dans la bombe. Dimensions appropriées: diamètre 25 mm, hauteur 40 mm. Il est possible d'utiliser un creuset de plus petites dimensions si l'on réduit quantité d'échantillon pour essai.

**4.6 Enceinte de sécurité.**

**4.7 Bécher,** de 600 ml de capacité.

Pour la méthode B seulement:

**4.8 Ballon à fond rond ou plat,** de capacité comprise entre 500 ml et 1 000 ml, avec bouchon adapté à la combustion par l'oxygène (voir figure 2). Un fil de platine de 1 mm de diamètre et de 120 mm de longueur, en forme de spirale conique de 15 mm de diamètre et de 15 mm de longueur, est fixé au bouchon. **Par mesure de sécurité, il est recommandé d'envelopper le ballon avec une toile métallique.**

**4.9 Papier filtre,** d'environ 3 cm × 3,5 cm, exempt d'halogènes et de cendres.

**4.10 Bécher,** de 250 ml de capacité.

## 5 Échantillon pour essai

L'échantillon doit être sous forme de poudre ou de granulés, et si nécessaire, il doit être coupé en morceaux de 1 mm à 3 mm.

L'échantillon doit être séché à l'étuve durant 2 h à 75 °C ou durant 16 h à 50 °C.

Dimensions approximatives en millimètres

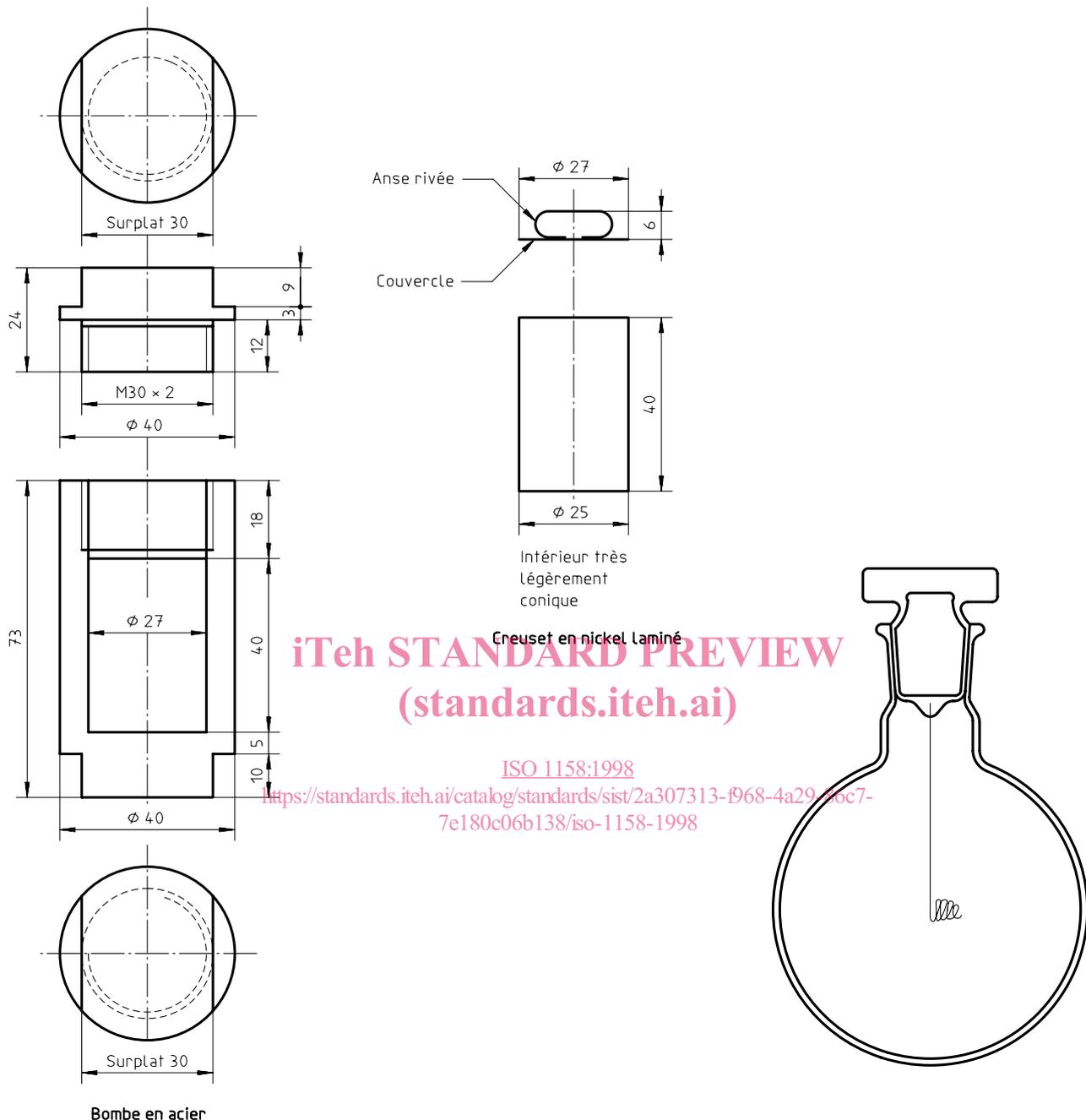


Figure 1 — Exemple de bombe à combustion à allumage à gaz (pour la méthode A)

Figure 2 — Exemple de ballon pour la combustion par l'oxygène, avec fil de platine fixé au bouchon (pour la méthode B)

## 6.1 Méthode A (méthode de la bombe à combustion)

6.1.1 Placer d'abord 7 g à 7,5 g de peroxyde de sodium (3.4) dans le creuset en nickel (4.5) de la bombe à allumage à gaz ou dans le godet à fusion de la bombe à allumage électrique, puis une prise d'essai d'environ 0,25 g (à 0,1 mg près), mélangée avec 0,16 g à 0,17 g d'auxiliaire de combustion (3.5), puis 7 g à 7,5 g supplémentaires de peroxyde de sodium. Le chargement de peroxyde de sodium dans le creuset ou le godet à fusion doit être effectué derrière un écran protégeant l'opérateur. Mélanger le tout en agitant. Placer ensuite le creuset muni de son

couvercle, à l'intérieur de la bombe à allumage à gaz et fermer celle-ci hermétiquement. Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, assembler la bombe et la tapoter pour tasser la charge.

Il est possible d'utiliser un creuset de plus petites dimensions avec une plus petite prise d'essai.

### 6.1.2 Allumer la bombe.

Lorsqu'une bombe à allumage à gaz est utilisée, la placer dans l'enceinte de sécurité (4.6). Ajuster au préalable la flamme en utilisant une bombe vide dans l'enceinte de sécurité, de façon que la pointe de la flamme se trouve à quelques millimètres de la base de la bombe. Enlever alors la bombe vide. Chauffer la bombe d'essai à une température comprise entre 300 °C et 400 °C durant environ 10 min. L'inflammation commence généralement entre 50 °C et 60 °C et se manifeste par un craquement et par le fait que le fond de la bombe commence à rougir.

**6.1.3 Refroidir la bombe.** L'ouvrir et, si l'on utilise une bombe à allumage à gaz, retirer le creuset, le placer soigneusement dans le bécher de 600 ml (4.7) contenant 100 ml d'eau distillée et couvrir immédiatement le bécher d'un verre de montre. Quand la réaction s'est calmée, laver l'intérieur de la bombe et le bouchon et recueillir l'eau de lavage dans le bécher.

Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, la démonter après refroidissement, enlever le couvercle et l'introduire dans le bécher (4.7) contenant 100 ml d'eau distillée. Mettre le godet à fusion dans le même bécher et couvrir immédiatement ce dernier avec un verre de montre.

**ATTENTION — Dans le cas où la bombe est refroidie dans l'eau, veiller à ce que l'eau n'atteigne pas le joint entre le bouchon et la bombe.**

**6.1.4** Porter le contenu du bécher à ébullition, puis le refroidir. Retirer le creuset et son couvercle ou le godet à fusion et son couvercle du bécher et les rincer avec de l'eau en recueillant les rinçures dans le bécher.

**6.1.5** Ajouter lentement 20 ml d'acide nitrique concentré (3.3) en agitant constamment, puis la solution d'acide nitrique (3.2) jusqu'à ce que le mélange soit neutre. Ajouter ensuite 2 ml de la solution d'acide nitrique (3.2).

NOTE — Le méthylorange convient comme indicateur pour la neutralisation.

**6.1.6** Diluer le contenu du bécher jusqu'à environ 200 ml avec de l'eau et titrer par potentiométrie ou par la méthode de Volhard, avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

**6.1.7** Effectuer un essai à blanc en brûlant les mêmes quantités de peroxyde de sodium (3.4) et d'auxiliaire de combustion (3.5) que celles utilisées avec la prise d'essai, et reprendre le mode opératoire (mais sans prise d'essai) comme indiqué en 6.1.4 à 6.1.6.

**6.1.8 En cas de doute si la réaction a eu lieu ou non, ne pas dissoudre dans l'eau le contenu de la bombe selon la méthode normale, car l'on risquerait une explosion violente. Répandre le contenu de la bombe sur du sable sec, l'asperger d'eau à une distance offrant toute sécurité, puis le laver avec de l'eau.**

## 6.2 Méthode B (méthode du ballon à oxygène)

**6.2.1** Peser, à 0,01 mg près, une prise d'essai d'environ 25 mg à 35 mg, et la mettre sur un morceau de papier filtre (4.9) découpé conformément à la figure 3a), après avoir marqué les plis. Ensuite, plier le papier conformément aux figures 3b), c) et d), et l'enfiler dans la spirale de platine (voir figure 2) en laissant dépasser la pointe du papier.

Dimensions en millimètres

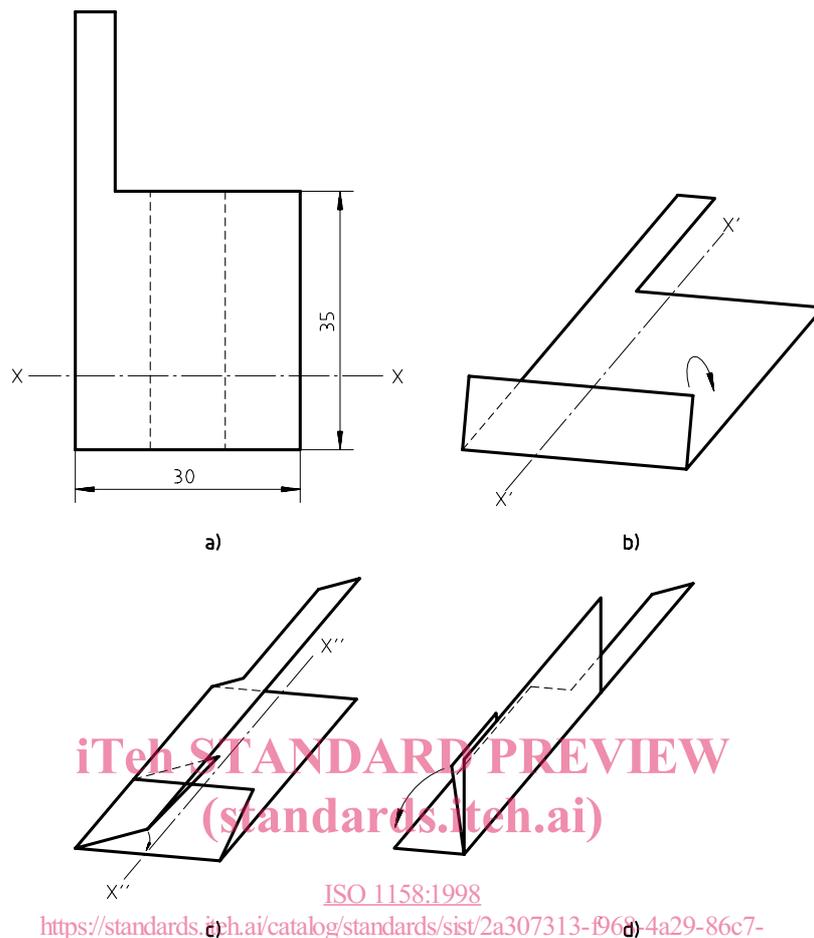


Figure 3 — Pliage du papier filtre contenant la prise d'essai

**6.2.2** Verser dans un ballon (4.8) environ 20 ml d'eau, 1 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.8) et 0,15 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.9). Envoyer un courant d'oxygène (3.6) à travers un tube de verre à raison de 250 ml/min à 350 ml/min durant 5 min pour chasser l'air.

**6.2.3** Allumer la pointe du papier filtre à la flamme d'un brûleur à gaz, puis placer rapidement dans le ballon le bouchon porteur du fil de platine et du papier filtre enflammé.

**6.2.4** Pendant la combustion, tenir le ballon retourné, de façon que le liquide couvre la partie inférieure du bouchon, ce qui permet d'éviter toute fuite de gaz due à un manque d'étanchéité du bouchon. Une fois la combustion terminée, remettre le ballon à l'endroit et l'agiter doucement sous un courant d'eau froide, afin d'assurer une absorption rapide et complète de l'acide chlorhydrique produit.

**6.2.5** Après 30 min, ouvrir le ballon et transférer quantitativement son contenu dans le bécher de 250 ml (4.10) en rinçant de façon que le volume final soit d'environ 60 ml. Ajouter environ 1 g de nitrate de sodium (3.7) et 2,5 ml de la solution d'acide nitrique (3.2), puis porter et maintenir la solution à ébullition durant 5 min. Après refroidissement, déterminer la teneur en chlore par titrage potentiométrique ou selon la méthode de Volhard, avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

**6.2.6** Effectuer en suivant le même mode opératoire, tel que décrit en 6.2.1 à 6.2.4, un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

## 7 Expression des résultats

7.1 La teneur en chlore dans la matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$3,5453 \times \frac{0,1 \times (V_1 - V_2)}{m}$$

ou

$$3,5453 \times \frac{0,05 \times (V_1 - V_2)}{m}$$

selon la concentration de la solution de nitrate d'argent utilisée

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (3.1), utilisé pour la détermination;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (3.1), utilisé pour l'essai à blanc;

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

7.2 Exprimer le résultat par la moyenne arithmétique de deux déterminations qui ne diffèrent pas de plus de 0,2 % (valeur absolue).

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

### 8 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Ces données sont en cours d'obtention et une déclaration relative à la fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998>

### 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- mode opératoire suivi (A ou B);
- dimensions du creuset et masse de la prise d'essai si elles sont différentes de celles prescrites en 4.5 et 6.1.1;
- pourcentage de chlore dans l'échantillon;
- date de l'essai.

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

ISO 1158:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a307313-f968-4a29-86c7-7e180c06b138/iso-1158-1998>