NORME INTERNATIONALE

ISO 3451-2

Deuxième édition
1998-12-15

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 2:
Matières poly(téréphtalate d'alkylène)

Plastics — Determination of ash —
Part 2: Poly(alkylene terephthalate) materials

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

(F)

Sommaire

1 Domaine d'application 1

2 Référence normative 1

3 Principe 1

3.1 Matériaux non chargés 1

3.2 Matériaux chargés et renforcés de fibres de verre 2

3.3 Matériaux ignifugés renforcés de fibres de verre 2

4 Réactifs (méthode C ou méthode A en présence de DBB) 2

5 Appareillage 2

6 Mode opératoire 2

6.1 Prise d'essai 3

6.2 Matériaux non chargés 3

6.3 Matériaux chargés et renforcés de fibres de verre 3

6.4 Matériaux renforcés de fibres de verre et contenant comme ignifugeant du trioxyde d•antimoine et/ou d'autres additifs volatils 3

7 Expression des résultats 4

8 Fidélité 4

9 Rapport d'essai 5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

© 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 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 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 3451-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physico-chimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3451-2:1984), qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 3451 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination du taux de cendres*:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

— *Partie 1: Méthodes générales*

— *Partie 2: Matières poly(téréphtalate d'alkylène)*

— *Partie 3: Acétate de cellulose non plastifié*

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

— *Partie 4: Polyamides*

— *Partie 5: Poly(chlorure de vinyle)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 2:
Matières poly(téréphtalate d'alkylène)

AVERTISSEMENT — La présente partie de l'ISO 3451 peut impliquer l'utilisation de produits chimiques et la mise en œuvre de modes opératoires à caractère dangereux. Elle n'est pas censée aborder les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir, avant emploi, de bonnes pratiques d'hygiène et de sécurité et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3451 spécifie les méthodes de détermination du taux de cendres du polyéthylène téréphtalate, du polybutylène téréphtalate et des copolymères correspondants chargés et non chargés. Les modes opératoires généraux indiqués dans la norme ISO 3451-1 ont été suivis. Pour les matériaux non chargés, on utilise la méthode A ou la méthode C de l'ISO 3451-1:1997. Pour les matériaux chargés et ceux renforcés de fibres de verre, on suit la méthode A décrite dans l'ISO 3451-1:1997.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour les matériaux chargés de fibres de verre et contenant un agent ignifugeant, du trioxyde d'antimoine et/ou d'autres additifs volatilisables tels que des pigments de sulfure de zinc, une modification a été apportée pour éliminer ces additifs sous forme de composant(s) volatil(s) du brome.

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3451. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3451 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3451-1:1997, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales*.

3 Principe

3.1 Matériaux non chargés

Calcination directe par combustion de la matière organique et traitement du résidu à haute température jusqu'à masse constante (ISO 3451-1:1997, méthode A).

Si le matériau contient des sels métalliques halogénés et/ou des métaux (spécialement en présence de matériaux halogénés) qui soient susceptibles de s'évaporer durant la combustion de la matière organique, on peut procéder à une calcination après minéralisation (ISO 3451-1:1997, méthode C). Ce mode opératoire consiste à chauffer la matière organique en présence d'acide sulfurique concentré jusqu'à une température à laquelle il y a dégagement de fumées et combustion de la matière organique, puis à traiter le résidu à haute température jusqu'à obtention d'une masse constante.

3.2 Matériaux chargés et renforcés de fibres de verre

Calcination directe par combustion de la matière organique et traitement du résidu à haute température jusqu'à obtention d'une masse constante (ISO 3451-1:1997, méthode A) (voir la note 1 en 3.3).

3.3 Matériaux ignifugés renforcés de fibres de verre

Calcination par combustion de la matière organique en présence de décabromobiphényle (DBB) puis traitement du résidu à haute température jusqu'à obtention d'une masse constante (ISO 3451-1:1997, méthode A).

NOTE 1 Certains additifs, comme par exemple le sulfure de zinc, sont eux aussi complètement volatilisés sous forme de bromure par combustion de la matière organique en présence de décabromobiphényle (DBB). Il convient de demander au fournisseur des informations sur le ou les additif(s) présent(s) dans le matériau et sur l'éventualité de leur évaporation durant la combustion en présence de DBB, ou de procéder à un essai de vérification sur le produit chimique pur.

NOTE 2 Des produits ignifuges à haute teneur en brome peuvent également être utilisés, comme par exemple l'éthylène bis(tétrabromophtalimide) ou le polystyrène bromé. On peut déterminer l'applicabilité et la quantité de produit chimique à utiliser en procédant à une détermination du taux de cendres avec des quantités croissantes de produit ignifuge jusqu'à obtention d'une masse constante, selon 6.4. Il convient d'appliquer le produit chimique comme une poudre.

4 Réactifs (méthode C ou méthode A en présence de DBB)

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

4.1 Carbonate d'ammonium, anhydre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf87f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

4.4 Décabromobiphényle (DBB), en poudre, qualité technique ou pureté supérieure.

AVERTISSEMENT — Le décabromobiphényle peut entraîner la formation de dioxines. Les températures de l'ordre de 600 °C à 850 °C sont considérées comme favorisant la formation de dioxines.

5 Appareillage

Appareillage spécifié dans l'ISO 3451-1:1997, article 4, et en particulier:

5.1 Creusets en silice, porcelaine ou platine, inertes vis-à-vis du matériau soumis à l'essai, d'un diamètre de 50 mm à 60 mm (partie supérieure) et d'une hauteur égale au diamètre (voir note 2 en 3.3).

5.2 Four à moufle, thermostaté permettant d'obtenir des températures de (600 ± 25) °C, (850 ± 50) °C ou une température minimale de 850 °C.

5.3 Hotte aspirante.

6 Mode opératoire

Le matériau doit se présenter sous forme de petits fragments d'au moins 1 cm × 0,5 cm × 0,2 cm, de grains ou de poudre. Les matériaux comportant des matières de charge ou les matériaux renforcés doivent être séchés avant calcination en étant chauffés à 100 °C jusqu'à obtention d'une masse constante.

6.1 Prise d'essai

Prélever une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour produire 5 mg à 200 mg de cendres (voir tableau 1). Dans le cas de matériaux renforcés, prélever 2 g ou plus. Si l'on ne connaît pas le taux de cendres approximatif, le déterminer au préalable et en déduire la taille de la prise d'essai à choisir dans le tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d•essai

Taux de cendres approximatif %	Prise d'essai g	Masse de cendres obtenue mg
⩽ 0,01	⩾ 200	5 à 10
> 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 à 1	10	20 à 100
> 1 à 10	5	50 à 500
> 10	2	200

6.2 Matériaux non chargés

Suivre le mode opératoire décrit dans l'ISO 3451-1:1997, méthode A, en appliquant une température de calcination de (850 ± 50) °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Si le matériau contient des sels métalliques halogénés ou une combinaison de métaux et de matériau halogéné susceptibles de s'évaporer durant le processus de calcination, ou s'il est nécessaire des «cendres sulfatées», appliquer la méthode C de l'ISO 3451-1:1997.

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

6.3 Matériaux chargés et renforcés de fibres de verre

Suivre le mode opératoire décrit dans l'ISO 3451-1:1997, méthode A, en appliquant une température de calcination de (850 ± 50) °C. Si les fibres de verre fondent à cette température, empêchant ainsi la poursuite de la calcination du polymère, abaisser la température à (600 ± 25) °C et répéter l'opération avec une nouvelle prise d'essai.

6.4 Matériaux renforcés de fibres de verre et contenant comme ignifugeant du trioxyde d'antimoine et/ou d'autres additifs volatils

L'échantillon doit être broyé ou découpé en fragments de 1 cm × 0,5 cm × 0,2 cm ou de dimensions inférieures. Procéder comme décrit dans l'ISO 3451-1:1997, méthode A, paragraphes 5.3.1 et 5.3.2.

Ajouter à l'échantillon une quantité de DBB (4.4) égale à la moitié de la masse de l'échantillon, en grammes, et bien mélanger dans le creuset. Placer celui-ci dans le four à moufle (voir alinéa ci-dessous) et appliquer une température de calcination d'au moins 850 °C. Placer le four sous une hotte. Procéder ensuite comme indiqué dans l'ISO 3451-1:1997, méthode A, à partir du paragraphe 5.3.4.

Il est préférable de placer le creuset directement dans le four à moufle. Si l'on obtient par calcination directe une grande dispersion des résultats lors de la répétition des essais, due par exemple à une perte en cendres, chauffer doucement le creuset au-dessus d'une flamme réduite jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées. S'assurer que les produits volatils sont correctement aspirés par une hotte. Placer le creuset dans le four à moufle et appliquer une température de calcination d'au moins 850 °C. Procéder ensuite comme indiqué dans l'ISO 3451-1:1997, méthode A, à partir du paragraphe 5.3.4. On peut également utiliser des creusets en fibres de verre équipés de deux disques en fibres de verre. Préparer le creuset en le chauffant dans le four à moufle à la température d'essai puis en le refroidissant en dessiccateur jusqu'à obtention d'une masse constante. Introduire l'échantillon entre les disques en fibres de verre dans le creuset. Placer le creuset dans le four à moufle durant 30 min. Laisser le creuset refroidir en dessiccateur durant 20 min.

Pour les produits non broyés, le résidu dans le creuset doit être calciné une deuxième fois selon le mode opératoire décrit en 6.4. La quantité de DBB ajoutée au résidu doit être de 1 g.

7 Expression des résultats

Le taux de cendres ou le taux 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, des cendres obtenues.

Calculer la moyenne de deux résultats et l'arrondir à 0,1 % près.

8 Fidélité

Les données de fidélité concernant la détermination du taux de cendres sont décrites dans l'ISO 3451-1, à l'exception de la méthode au DBB, décrite en 6.4. Les données de fidélité ont été déterminées à partir de huit laboratoires et huit matériaux.

iTeh STANDARD PREVIEW

Pour le poly(éthylène téréphtalate) contenant du SiO_2 et du TiO_2, les données de fidélité du tableau 2 ont été obtenues.

(standards.iteh.ai)

ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998

Tableau 2 — Données de fidélité concernant le PET chargé

Matériau/charge	Taux de cendres moyen %	s_r	s_R	r	R
PET/SiO_2	3,18	0,045	0,045	0,125	0,125
PET/TiO_2	12,46	0,046	0,052	0,129	0,144
PET/TiO_2	44,81	0,371	0,400	1,038	1,120

où

s_r est l'écart-type de répétabilité;

s_R est l'écart-type de reproductibilité;

r est la valeur de répétabilité, définie comme la valeur au-dessous de laquelle se situe, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence absolue entre deux résultats individuels obtenus dans des conditions de répétabilité (même opérateur, même appareillage, même laboratoire et dans un court intervalle de temps);

R est la valeur de reproductibilité, définie comme la valeur au-dessous de laquelle se situe, avec une probabilité de 95 %, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans des conditions de reproductibilité (opérateurs différents, appareillages différents, laboratoires différents).

La fidélité de la calcination directe de matériaux contenant des fibres de verre et celle de la méthode au DBB ne sont pas connues, faute de données inter-laboratoires disponibles. Cependant, la fidélité de ces méthodes ne devrait pas s'écarter sensiblement des valeurs connues. La collecte de données inter-laboratoires est en cours et ces résultats figureront dans la prochaine révision.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) référence à la présente partie de l'ISO 3451;

b) tous renseignements nécessaires à l'identification du matériau soumis à l'essai, avec le type, le numéro de code du fabricant, la source, l'appellation commerciale, etc.;

c) méthode de calcination utilisée;

d) température appliquée pour la calcination;

e) traitement auquel a été soumis l'échantillon avant l'essai, s'il y a lieu;

f) résultats individuels des deux déterminations et valeur moyenne obtenue pour les cendres ou le résidu de minéralisation;

g) masse de la prise d'essai utilisée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3451-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b4adf47f-727e-4e42-b948-a49d5accb84f/iso-3451-2-1998