
**Plastiques — Détermination du taux de
cendres —**

Partie 5:
Poly(chlorure de vinyle)

Plastics — Determination of ash —

iTeh STANDARD PREVIEW
Part 5: Poly(vinyl chloride)
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-5:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-2a6e6ccac006/iso-3451-5-2002>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3451-5:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-2a6e6ccac006/iso-3451-5-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-2a6e6ccac006/iso-3451-5-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2003

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3451-5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3451-5:1989), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-7a7e5a966045/iso-3451-5>

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

- *Partie 1: Méthodes générales*
- *Partie 2: Matières poly(téréphtalate d'alkylène)*
- *Partie 3: Acétate de cellulose non plastifié*
- *Partie 4: Polyamides*
- *Partie 5: Poly(chlorure de vinyle)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-5:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-2a6e6ccac006/iso-3451-5-2002>

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 5:

Poly(chlorure de vinyle)

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

La décomposition thermique du poly(chlorure de vinyle) produit de l'acide chlorhydrique et il convient de prendre des précautions pour éviter l'inhalation des fumées.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3451 spécifie trois méthodes pour la détermination du taux de cendres du poly(chlorure de vinyle). Les modes opératoires généraux donnés dans l'ISO 3451-1 sont suivis. Pour les cendres, on utilise la méthode A, tandis que pour les cendres sulfatées, on applique les méthodes B et C. Les trois méthodes peuvent être utilisées pour les résines, les compositions et les produits finis. Les méthodes B et C sont applicables en présence de composés contenant du plomb.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3451. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de cette publication ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3451 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué 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 3451-1:1997, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales*

3 Principe

3.1 Méthode A (calcination directe)

La matière organique d'une prise d'essai est calcinée et le résidu est chauffé à 950 °C jusqu'à masse constante.

3.2 Méthode B (calcination, avec traitement à l'acide sulfurique après combustion)

La matière organique d'une prise d'essai est calcinée et le résidu est transformé en sulfates en utilisant de l'acide sulfurique concentré et, finalement, le résidu est chauffé à 950 °C jusqu'à masse constante.

3.3 Méthode C (calcination, avec traitement à l'acide sulfurique avant combustion)

La matière organique d'une prise d'essai est calcinée après addition d'acide sulfurique concentré et, finalement, le résidu est chauffé à 950 °C jusqu'à masse constante. Cette méthode est préférable à la méthode B car elle est caractérisée par une meilleure reproductibilité des résultats.

L'emploi de la méthode B ou C est recommandé en présence de composés contenant du plomb.

4 Réactifs (pour les méthodes B et C uniquement)

4.1 **Acide sulfurique**, ayant une masse volumique de 1,84 g/ml, de qualité analytique reconnue.

4.2 **Acide acétique**, à 100 %, de qualité analytique reconnue.

AVERTISSEMENT — Il convient de prendre des précautions lors de la manipulation de l'acide sulfurique et de l'acide acétique.

5 Appareillage

Appareillage tel que spécifié dans l'ISO 3451-1, et notamment:

5.1 **Creuset en silice, en platine ou en porcelaine muni d'un couvercle**, avec un diamètre de la partie supérieure de 45 mm à 75 mm, et de hauteur égale au diamètre. Ses dimensions doivent être suffisantes pour qu'il ne soit pas rempli à plus de la moitié par la prise d'essai.

5.2 **Bec Bunsen**, avec triangle en silice et trépied, ou tout autre dispositif de chauffage approprié.

5.3 **Four à calcination ou four à micro-ondes**, à contrôle thermostatique à 950 °C ± 50 °C.

5.4 **Pipettes**, de capacité appropriée (pour les méthodes B et C seulement).

AVERTISSEMENT — En 7.3.4 et 7.4.3, il est nécessaire d'utiliser une pipette pour ajouter l'acide sulfurique concentré. L'acide doit être introduit dans la pipette au moyen d'un dispositif technique approprié (une pipette avec poire aspirante) et ne doit jamais être aspiré par la bouche.

5.5 **Dessiccateur**, contenant un agent desséchant efficace qui ne doit pas réagir chimiquement avec les constituants de la cendre.

NOTE Dans quelques cas, l'affinité de la cendre pour l'eau peut être plus grande que celle des agents desséchants couramment utilisés.

5.6 **Balance analytique**, ayant une exactitude de 0,1 mg.

5.7 **Vases à peser**.

6 Précautions de sécurité

6.1 Toujours porter des lunettes de sécurité pour travailler au laboratoire.

6.2 Prendre toutes les précautions normales de sécurité en cas de travail avec une flamme nue ou à des températures élevées. Utiliser des gants isolants et de longues pinces à creuset pour introduire les échantillons dans le four à calcination ou les en sortir.

6.3 Chauffer l'échantillon sous une hotte de laboratoire et, pour la calcination, utiliser un four convenablement ventilé.

6.4 Lire attentivement les avertissements donnés en début de texte et à l'article 4 et aux paragraphes 5.4 et 7.4.3.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

La taille de prise d'essai recommandée est indiquée au Tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Échantillon	Prise d'essai g
Résine	5
Mélange sec ou granulés, produits avec charge > 10 %	2
Mélange sec ou granulés, produits sans charge ou avec charge ≤ 10 %	5

7.2 Méthode A (détermination des cendres non sulfatées)

7.2.1 Chauffer le creuset propre et son couvercle (5.1) dans le four à calcination (5.3) à $950\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ pendant 10 min et le faire refroidir dans le dessiccateur (5.5) jusqu'à température ambiante. Peser le creuset muni de son couvercle à 0,1 mg près.

7.2.2 Introduire une quantité appropriée d'échantillon (voir Tableau 1) dans le creuset (il est préférable de couper en petits morceaux les échantillons provenant de produits fins). Peser le creuset muni de son couvercle et contenant la prise d'essai à 0,1 mg près et calculer la masse de la prise d'essai (m_0).

7.2.3 Chauffer le creuset directement à l'aide du dispositif de chauffage (5.2) de façon à ce que la prise d'essai se consume doucement et éviter ainsi les pertes de cendres. Poursuivre cette opération jusqu'à cessation du dégagement de fumée.

Si la combustion est violente, il est possible d'introduire la prise d'essai en plusieurs fois.

7.2.4 Fermer partiellement le creuset avec un couvercle de façon à ce que les matières volatiles n'entraînent pas les particules de cendres. Placer le creuset à l'entrée du four à calcination maintenu à $950\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ (la température à l'entrée est d'environ 300 °C à 400 °C), puis introduire doucement le creuset à l'intérieur du four. Calciner pendant 30 min à $950\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$.

Il est recommandé que le couvercle soit conçu de façon telle que, placé sur le creuset, il soit bien adapté mais n'obture pas totalement le creuset.

7.2.5 Retirer le creuset muni de son couvercle du four. Le placer dans le dessiccateur, le laisser refroidir jusqu'à température ambiante et le peser à 0,1 mg près (m_1).

7.2.6 Calciner à nouveau, dans les mêmes conditions, jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg. La durée totale de chauffage dans le four ne doit toutefois pas dépasser 3 h. Si cette durée ne permet pas d'obtenir une masse constante, utiliser la masse obtenue au bout de 3 h pour calculer les résultats d'essai.

7.3 Méthode B (détermination des cendres sulfatées)

7.3.1 Procéder comme précisé en 7.2.1.

7.3.2 Procéder comme précisé en 7.2.2.

7.3.3 Procéder comme précisé en 7.2.3.

7.3.4 Après refroidissement du creuset et de son contenu, ajouter l'acide sulfurique (4.1) goutte à goutte à l'aide d'une pipette (5.4) de capacité appropriée, jusqu'à ce que le résidu soit complètement imprégné. Chauffer soigneusement à l'aide d'un dispositif de chauffage approprié (5.2) jusqu'à cessation du dégagement de fumée, en évitant les éclaboussures du contenu du creuset.

7.3.5 Si, après le refroidissement du creuset, le carbone est encore visible, ajouter 1 à 5 gouttes d'acide sulfurique et chauffer de nouveau jusqu'à cessation du dégagement de fumée blanche.

7.3.6 Placer le creuset à l'entrée du four à calcination (5.3) réglé à $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ et procéder comme précisé en 7.2.4, 7.2.5 et 7.2.6. Le résidu après calcination doit être gris ou blanc, mais pas noir.

7.4 Méthode C (détermination des cendres sulfatées)

7.4.1 Procéder comme précisé en 7.2.1.

7.4.2 Procéder comme précisé en 7.2.2.

7.4.3 À l'aide d'une pipette, ajouter goutte à goutte la plus faible quantité possible d'acide sulfurique concentré (4.1) nécessaire pour humidifier uniformément la prise d'essai. Fermer le creuset avec le couvercle et faire chauffer à l'aide du dispositif de chauffage. Poursuivre le présent mode opératoire jusqu'à la fin des processus de craquage et de carbonisation.

Dans les cas où l'acide sulfurique a tendance à déborder du creuset ou lorsque, malgré les précautions prises, une partie de la prise d'essai est perdue sous l'effet d'une réaction violente, l'acide sulfurique concentré peut être remplacé par un mélange d'acide acétique et d'acide sulfurique concentrés. Toutefois, l'utilisation de ce mélange d'acides doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et être mentionné dans le rapport d'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2ced23-39f1-42f0-be19-2a6e6ccac006/iso-3451-5-2002>

AVERTISSEMENT — Il est nécessaire de procéder à la carbonisation avant l'allumage car l'introduction du creuset dans le four immédiatement après l'ajout de l'acide sulfurique provoque une combustion explosive.

Il convient de faire preuve de prudence lors de la manipulation du mélange d'acide acétique et d'acide sulfurique concentrés.

7.4.4 Procéder comme précisé en 7.2.4.

7.4.5 Procéder comme précisé en 7.2.5.

7.4.6 Procéder comme précisé en 7.2.6.

8 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations. Calculer la moyenne arithmétique des résultats. Si les résultats individuels d'essai diffèrent de plus de 5 % de leur moyenne, répéter le mode opératoire jusqu'à ce que deux résultats consécutifs ne diffèrent pas l'un de l'autre de plus de 5 % de leur moyenne.

9 Expression des résultats

Le taux de cendres non sulfatées (méthode A) ou le taux de cendres sulfatées (méthodes B et C), exprimé en grammes pour 100 g d'échantillon, est donné par la formule

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

où

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

m_1 est la masse de cendres obtenue, en grammes.

10 Exactitude et fidélité

L'exactitude et la fidélité des présentes méthodes ne sont pas connues par manque de résultats d'essais interlaboratoires. Étant donné la large gamme des formulations contenant du poly(chlorure de vinyle), il n'est pas possible d'établir de limites spécifiques pour toutes.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 3451;
- b) tous les détails permettant l'identification complète de l'échantillon, comprenant le type, le numéro de code du producteur, la source, la marque commerciale, etc.;
- c) la méthode utilisée (méthode A, B ou C);
- d) la masse de chacune des deux prises d'essai utilisées;
- e) les résultats individuels des deux déterminations et le taux de cendres moyen;
- f) si une masse constante n'a pas été atteinte au terme d'une durée totale de 3 h, le mentionner (voir 7.2.6);
- g) en cas d'utilisation d'un mélange d'acide acétique et d'acide sulfurique concentrés dans le cadre de la méthode C, mentionner la concentration de chaque acide dans le mélange (voir 7.4.3);
- h) la date de l'essai.