NORME INTERNATIONALE

ISO 8974

Troisième édition
2002-05-01

Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse

Plastics — Phenolic resins — Determination of residual phenol content by gas chromatography

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

Numéro de référence
ISO 8974:2002(F)

© ISO 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 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

© 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 du 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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos iv
1 Domaine d'application 1
2 Références normatives 1
3 Principe 1
4 Termes et définitions 1
5 Réactifs et produits 2
6 Appareillage 3
7 Mode opératoire 4
8 Expression des résultats 7
9 Fidélité 8
10 Rapport d'essai 9
Annexe A (informative) **Exemples de conditions opératoires** 10
Annexe B (informative) **Exemples de détermination de courbe d'étalonnage** 11

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

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 de la présente Norme internationale 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 8974 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8974:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

 © ISO 2002 – Tous droits réservés

Plastiques — Résines phénoliques — Dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour le dosage du phénol résiduel dans les résines phénoliques.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef8d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

ISO 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 10082:1999, *Plastiques — Résines phénoliques — Classification et méthodes d'essai*

3 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans un solvant approprié et l'on détermine la teneur en phénol par chromatographie en phase gazeuse.

4 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions contenus dans l'ISO 10082 s'appliquent, ainsi que les termes et définitions suivants.

4.1
étalon interne
matériau de référence ajouté en quantité connue dans la solution pour essai pour déterminer le facteur de réponse du phénol

4.2
rapport de masse
rapport de la masse de phénol sur la masse d'étalon interne dans la solution pour essai

© ISO 2002 – Tous droits réservés

4.3
rapport de surface de pic
rapport de la surface de pic du phénol sur la surface de pic d'étalon interne

NOTE Sur le chromatogramme, la surface de pic du phénol correspond à l'aire délimitée par le pic de phénol et la ligne de base. La surface de pic d'étalon interne correspond à l'aire délimitée par le pic d'étalon interne et la ligne de base.

4.4
facteur de réponse
réponse du phénol comparée à la réponse de l'étalon interne:

$$K = \frac{\text{rapport de masse}}{\text{rapport de surface de pic}}$$

4.5
temps de rétention
temps écoulé entre l'injection du soluté et l'apparition du sommet du pic supposé symétrique

5 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue (tels qu'énumérés dans l'ISO 6353-2), à moins qu'il n'en soit spécifié autrement.

5.1 Gaz vecteur: hydrogène, azote ou hélium, de qualité appropriée aux méthodes chromatographiques.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE Pour des raisons de sécurité, l'utilisation de l'hélium ou de l'azote est recommandée.

5.2 Gaz pour détecteur: hydrogène et air comprimé.

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18d98a6-b1d-4eb-878d-a63faa25b571/iso-8974-2002

5.3 Étalon interne: tout produit qui n'entre pas dans la composition habituelle des résines phénoliques et qui répond aux critères suivants:

— être chimiquement pur;

— présenter une bonne stabilité dans le temps;

— être chimiquement inerte avec les résines phénoliques, dans les conditions de l'essai;

— ne pas interférer avec l'un des constituants de l'échantillon;

— donner une réponse linéaire dans la plage de concentrations à mesurer;

— avoir un temps de rétention proche de celui du phénol et présenter un pic gaussien.

Exemples de réactifs qui satisfont les conditions précédemment décrites:

— octane-1-ol (étalon interne particulièrement recommandé);

— undécane-1-ol.

5.4 Solvant: tout produit capable de dissoudre complètement l'étalon interne et la prise d'essai de résine phénolique pour donner une solution stable, répondant aux critères suivants:

— être inerte (ne pas réagir avec la résine ou l'étalon interne dans les conditions de l'essai);

— être compatible avec les composants de la colonne chromatographique;

 © ISO 2002 – Tous droits réservés

— avoir un temps de rétention différent de ceux du phénol et de l'étalon interne.

Exemples de solvants qui satisfont les critères précédemment cités:

— acétone (recommandée);

— méthanol;

— éthanol.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe: tout chromatographe de laboratoire équipé d'un détecteur à ionisation de flamme.

NOTE Des exemples d'appareillage et de conditions opératoires recommandés sont indiqués plus loin. Il est possible d'en utiliser d'autres dans la mesure ou il aura été vérifié qu'ils donnent les mêmes résultats.

6.2 Microseringue, permettant d'injecter de 0,5 µl à 1 µl.

6.3 Précolonne/insert de la chambre d'injection: tout dispositif qui permet de piéger les constituants non volatils de la prise d'essai. Peuvent convenir:

— un tube de quartz vide ou un tube de quartz rempli de phase stationnaire ou de laine de verre (en fonction du type de colonne utilisée);

— un tube de quartz type colonne Vigreux.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Pour des exemples, voir l'annexe A.

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

6.4 Colonne

6.4.1 Caractéristiques de la colonne

Toute colonne dont les caractéristiques (longueur, diamètre, phase stationnaire) assurent la résolution des constituants volatils (phénol, étalon interne, solvant) convient.

AVERTISSEMENT — Comme dans toute analyse chromatographique, il est toujours possible d'avoir un constituant du produit à analyser ayant le même temps d'élution que le phénol. Certaines techniques opératoires permettent de résoudre le problème comme, par exemple, l'utilisation d'une colonne ayant une polarité différente, ou l'utilisation d'un programme de température modifié.

Pour des exemples, voir l'annexe A.

NOTE Les colonnes capillaires dont la résolution est supérieure aux colonnes remplies permettent de déterminer des teneurs en phénol résiduel inférieures à 0,5 % par masse.

6.4.2 Conditionnement de la colonne

Conditionner la colonne suivant les instructions du fabricant.

6.5 Enregistreur: différents types peuvent être utilisés:

— enregistreur potentiométrique;

— intégrateur;

— système d'acquisition informatique.

© ISO 2002 – Tous droits réservés

6.6 **Balance**, précise à 0,1 mg.

6.7 **Pipette**, de 10 ml de capacité.

6.8 **Fioles jaugées**, de 250 ml, 500 ml ou 1 000 ml de capacité (voir ISO 1042).

6.9 **Bécher** de 50 ml ou 100 ml de capacité.

6.10 **Fioles à col rodé** de 100 ml de capacité.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

La présente Norme internationale décrit deux méthodes de dosage du phénol résiduel par chromatographie en phase gazeuse:

— Méthode A: une quantité pesée d'étalon interne est ajoutée à chaque prise d'essai (cette méthode est la méthode de référence).

— Méthode B: une solution mère d'étalon interne est utilisée (cette méthode est utile pour les analyses de routine).

7.2 Conditions opératoires

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2.1 Injecteur

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c18d0bf6-bc7d-4ccb-97fd-c626c85b571/iso-8974-2002

La température est régulée à une valeur fixe, comprise dans la plage 180 °C à 250 °C, compatible avec la température préconisée pour une utilisation normale de la précolonne/insert. L'injecteur est réglé à une température située généralement 50 °C au-dessus de la température d'ébullition du phénol.

Pour des exemples, voir l'annexe A.

7.2.2 Colonne

L'objectif est d'assurer une résolution optimale des constituants volatils.

La colonne peut travailler en régime isotherme ou suivant une programmation de température.

Pour des exemples, voir l'annexe A.

7.2.3 Détecteur

La température est régulée à une valeur fixe, comprise dans la plage 230 °C à 300 °C, compatible avec la température recommandée pour une utilisation normale du détecteur.

Pour des exemples, voir l'annexe A.

7.3 Étalonnage

7.3.1 Généralités

Les deux méthodes A et B doivent être conduites suivant le présent mode opératoire.

 © ISO 2002 – Tous droits réservés

7.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série d'au moins six fioles coniques (6.10), peser, à 0,1 mg prés, des quantités appropriées de phénol et d'étalon interne de façon que les rapports de masse soient compris entre 3:1 et 1:3.

Diluer avec le solvant (5.4) pour obtenir une concentration appropriée à la colonne utilisée, en prenant en compte ce qui suit:

— pour une colonne remplie, la teneur en phénol doit être de l'ordre de 10 mg/ml;

— pour une colonne mégabore de 0,5 mm de diamètre, la teneur en phénol doit être de l'ordre de 5 mg/ml lorsque l'injection se fait avec un split ou de 0,5 mg/ml lorsqu'elle s'effectue sans split;

— pour une colonne capillaire de 0,2 mm de diamètre, la teneur en phénol doit être de l'ordre de 1 mg/ml avec split, ou de 0,5 mg/ml sans split.

7.3.3 Préparation de la courbe d'étalonnage (voir l'exemple donné en annexe B)

Injecter les solutions préparées en 7.3.2 au moyen de la microseringue (6.2). Il faut utiliser au moins six solutions étalons pour l'étalonnage initial. Calculer la moyenne des résultats d'au moins deux injections pour chaque solution.

Enregistrer les pics et en mesurer les surfaces.

Représenter graphiquement le rapport de surface des pics en fonction du rapport de masse. Les valeurs devraient normalement être sur une droite passant par l'origine. Si nécessaire, le degré de corrélation et l'absence d'un écart significatif peuvent être vérifiés à l'aide d'une technique de régression linéaire (moindres carrés pondérés).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Faire la moyenne des rapports (rapport de surface de pic/rapport de masse). Prendre l'inverse du résultat comme facteur de réponse. Le facteur de réponse permettra la conversion des rapports de surface de pic en rapports de masse.

ISO 8974:2002
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e18d98af-abd4-4eeb-978d-a63faa25b571/iso-8974-2002

Il convient que la calibration initiale soit vérifiée périodiquement par injection de deux ou trois solutions étalon. Calculer le facteur de réponse comme décrit plus haut et en faire un graphe en fonction du temps. Le facteur de réponse moyen calculé ne devrait pas s'écarter de la valeur initiale de plus de ± 2 %. Une variation plus importante nécessitera un réétalonnage complet de l'appareillage. Comme déjà constaté, il est de toute manière recommandé de faire ce réétalonnage périodiquement, et certainement à chaque intervention sur le système colonne/détecteur ou sur l'enregistreur.

7.4 Dosage

7.4.1 Méthode A

7.4.1.1 Préparation de la solution d'essai

Peser une prise d'essai de résine, à 0,1 mg prés, dans une fiole à col rodé (6.10). Ajouter une quantité d'étalon interne (5.3) de manière à obtenir un rapport de masse compris entre 3:1 et 1:3, le rapport idéal étant d'environ 1:1. Ajouter le solvant (5.4) afin d'obtenir une concentration en phénol telle qu'indiquée en 7.3.2.

© ISO 2002 – Tous droits réservés