
**Plastiques — Détermination de l'indice
d'absorption de permanganate du
caprolactame — Méthode spectrométrique**

*Plastics — Determination of permanganate absorption number of
caprolactam — Spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8660:2002](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002>



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 8660:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002>

© 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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Terme et définition	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Échantillon	3
7 Mode opératoire	3
8 Calcul	4
9 Fidélité	5
10 Rapport d'essai	6

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8660:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002>

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.

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.

La Norme internationale ISO 8660 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 8660:1988), dont elle constitue une révision technique.

[ISO 8660:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002>

Introduction

L'indice de permanganate, exprimé sous la forme de l'indice d'absorption de permanganate (PAN), définit la stabilité d'un échantillon de caprolactame au permanganate de potassium dans une solution aqueuse neutre tamponnée et représente une mesure de la pureté du caprolactame en relation avec la présence d'impuretés oxydables, par exemple de caprolactames non saturés.

Le permanganate dans une solution aqueuse neutre est un oxydant puissant, capable d'oxyder les impuretés présentes dans le caprolactame. La détermination de l'indice d'absorption de permanganate est basée sur la mesure de l'absorbance à une longueur d'onde de 420 nm d'une solution aqueuse de caprolactame à 3 % (par masse). La mesure est effectuée 10 min après l'ajout d'une solution étalon de permanganate de potassium de 0,002 mol/l. Une détermination à blanc est effectuée pour corriger l'oxydation de l'eau.

En général, la réaction d'oxydation des composés organiques non saturés est plus rapide que celle des composés organiques saturés. Le caprolactame non saturé est oxydé plus rapidement que le caprolactame saturé. La vitesse de la réaction est fonction du réducteur et dépend fortement, en sus d'autres conditions expérimentales, du pH de la solution. On estime que la majorité des impuretés non saturées dans le caprolactame réagissent en 10 min. Toutefois, la réaction n'est pas terminée à la fin de cette période, car l'oxydation des composés à oxydation lente, par exemple le caprolactame, se poursuit.

La quantité de dioxyde de manganèse produite durant la réduction est déterminée à une longueur d'onde de 420 nm. À cette longueur d'onde et pour la méthode décrite ici, la contribution du caprolactame est inférieure à 0,2 % de l'absorbance totale.

La méthode est sensible aux facteurs externes et doit donc être rigoureusement surveillée. Les résultats obtenus au moyen de la méthode dans la présente édition de l'ISO 8660 sont inférieurs de 11 % environ aux résultats obtenus selon l'ISO 8660:1988. La différence est due au tamponnage de la solution d'essai et de la solution à blanc à un pH de 7,0. Le tamponnage de la solution à un pH de 7,0 engendre une fidélité significativement supérieure de la méthode, car les fluctuations causées par l'acidité ou l'alcalinité de l'échantillon sont éliminées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8660:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f51f550-0a4d-48b0-bbc7-9220e35c15ad/iso-8660-2002>

Plastiques — Détermination de l'indice d'absorption de permanganate du caprolactame — Méthode spectrométrique

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut impliquer l'utilisation de produits chimiques, matériaux et modes opératoires dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique pour la détermination de l'indice d'absorption de permanganate du caprolactame à usage industriel. L'indice d'absorption de permanganate représente une mesure des impuretés oxydables dans le caprolactame, établie dans une solution aqueuse neutre tamponnée et dans des conditions définies.

La méthode est applicable au caprolactame purifié (et aux produits intermédiaires du procédé de purification du caprolactame) ayant une alcalinité ou une acidité inférieure à 0,50 mmol/kg et un indice PAN de 35 au maximum.

2 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

2.1

indice d'absorption de permanganate

PAN

indice basé sur la mesure de l'absorbance à 420 nm d'une solution aqueuse neutre tamponnée de caprolactame à 3 % (par masse), comparée avec celle d'une solution à blanc, composée d'eau tamponnée, après 10 min de repos et ajout à chaque solution d'une solution étalon de permanganate de potassium, $c = 0,002 \text{ mol/l}$

NOTE L'indice d'absorption de permanganate est la différence entre les mesures d'absorbance de la solution d'essai et du blanc, multipliée par 100/3 pour une cuve de verre de 5 cm de longueur

3 Principe

Des quantités égales de permanganate de potassium sont ajoutées à une solution d'essai de caprolactame tamponnée et à un blanc composé d'eau tamponnée. Après un temps de réaction de 10 min, on compare l'absorbance de la solution d'essai de caprolactame et de celle de l'essai à blanc à une longueur d'onde de 420 nm, en utilisant une cuve en verre de 5 cm de longueur.

4 Réactifs

Durant l'essai, seuls des réactifs de qualité analytique ou de la qualité spécifiée doivent être utilisés.

4.1 Acide sulfurique, de qualité analytique, de 95 % (par masse) à 97 % (par masse).

4.2 Acide chlorhydrique, de qualité analytique, 37 % (par masse).

4.3 Dihydrate d'acide oxalique, $c = 0,1$ mol/l.

4.4 Eau Millipore-Q (ou eau bi-distillée).

4.5 Sel tampon, pH 7,0, exclusivement composé de déhydrogénophosphate de potassium (40,30 %) et d'hydrogénophosphate de disodium (59,70 %). Le sel ne doit pas contenir d'impuretés influant sur les analyses du PAN.

Certains sels tampons disponibles dans le commerce contiennent des impuretés et/ou des agents de conservation qui influent sur l'analyse du PAN. On doit toujours soumettre à l'essai l'adéquation d'un sel tampon disponible dans le commerce en comparant les résultats de l'indice PAN obtenus au moyen de ce sel tampon avec ceux obtenus avec un sel tampon composé d'éléments analytiquement purs. Le temps de conservation maximal du sel disponible dans le commerce ou des composants purs ne doit jamais être dépassé.

4.6 Solution tampon, pH 7,0.

Dissoudre 3,3 g de sel tampon (4.5) dans de l'eau Millipore-Q (4.4) dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau Millipore-Q. Cette solution doit être éliminée 6 mois après sa préparation (ou avant si un sédiment est observé).

4.7 Eau pour la détermination de l'indice PAN.

Ajouter 2,5 ml/l de la solution tampon (4.6) à une petite quantité d'eau Millipore-Q dans une fiole jaugée de 1 l, compléter au volume avec de l'eau Millipore-Q et dégaser avec de l'hélium (4.11). Préparer chaque jour une solution fraîche. La valeur de l'indice PAN d'une détermination à blanc doit être $< 0,67$ unité de PAN.

4.8 Permanganate de potassium, de qualité analytique, solide.

4.9 Permanganate de potassium, solution-mère, $c = 0,020$ mol/l.

Cette solution doit être conservée dans l'obscurité dans une bouteille en verre brun. Préparer une solution fraîche toutes les quatre semaines. Vérifier quotidiennement la solution pour déceler un dépôt de dioxyde de manganèse sur les parois de la bouteille en verre brun (voir la note en 7.1). Si un dépôt est observé, éliminer la solution.

4.10 Permanganate de potassium, solution, $c = 0,002$ mol/l.

Cette solution doit être conservée dans l'obscurité dans une bouteille en verre brun. Préparer chaque semaine une solution fraîche à partir de la solution-mère de permanganate de potassium à 0,020 mol/l (4.9). Avant utilisation, vérifier la solution pour déceler un dépôt de dioxyde de manganèse sur les parois de la bouteille en verre brun. Si un dépôt est observé, éliminer la solution.

4.11 Hélium.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre, permettant des analyses monochromatiques à 420 nm, largeur de bande ≤ 2 nm.

5.2 Cellules en verre, de 5 cm de longueur.

5.3 Bain d'eau, pouvant être maintenu à $25,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.4 Chronomètre, exact à au moins 0,5 s.

5.5 Verrerie, extrêmement propre et convenant aux analyses du PAN (voir 7.1).

NOTE Les seringues jetables et les autres dispositifs en plastique ne conviennent pas en raison de la capacité d'extraction du caprolactame. Les additifs provenant de dispositifs en plastique comme les seringues influent négativement sur la détermination de l'indice PAN.

5.6 Pipette, en verre (par exemple une pipette Pasteur), chimiquement propre (voir 7.1).

NOTE Les pipettes en plastique ne conviennent pas (voir note en 5.5).

6 Échantillon

Les échantillons de caprolactame doivent être conservés dans des conteneurs chimiquement propres, de préférence en verre. Si des fioles ou conteneurs en plastique sont utilisés, tout contact avec du caprolactame liquide, chaud doit être évité. Les solutions de caprolactame ne doivent pas être conservées dans des conteneurs en plastique et tout contact avec des bouchons en plastique, par exemple, doit être évité (voir 5.5).

Les échantillons peuvent être du caprolactame solide pur ou des solutions de caprolactame. L'échantillon préféré est une solution à 50 % (par masse) de caprolactame dans de l'eau Millipore-Q.

NOTE L'échantillonnage de caprolactame liquide pur peut entraîner une augmentation de la valeur de l'indice PAN, par suite de l'oxydation du caprolactame en présence d'air.

7 Mode opératoire

7.1 Nettoyage de la verrerie

La verrerie utilisée pour la première fois dans les analyses du PAN doit être nettoyée successivement avec

- de l'acide sulfurique concentré (4.1),
- de l'eau du robinet,
- de l'acide chlorhydrique concentré (4.2),
- de l'eau Millipore-Q (4.4).

La verrerie utilisée pour les analyses du PAN doit être utilisée à cette fin uniquement et nettoyée au moins tous les 6 mois en utilisant la méthode ci-dessus.

La verrerie doit être rincée à l'eau du robinet (3 fois) immédiatement après l'analyse, puis rincée à nouveau 3 fois à l'eau Millipore-Q (4.4). La verrerie doit être fermée lors du stockage.

NOTE Si la verrerie n'est pas rincée immédiatement après l'analyse, le dioxyde de manganèse se déposera sur la paroi intérieure de verre. Le dioxyde de manganèse catalyse la réaction et influe négativement sur la détermination de l'indice PAN. Il est possible d'enlever le dioxyde de manganèse de la verrerie avec de l'acide oxalique (4.3).

7.2 Pureté de l'eau pour la détermination de l'indice PAN

Vérifier l'eau pour la détermination de l'indice PAN (4.7) en effectuant une détermination à blanc conformément à 7.3 et calculer la valeur de l'indice PAN (voir l'article 8). Si l'indice PAN est $< 0,67$, l'eau est approuvée.

Pour le contrôle de la production par exemple, il est préférable d'accompagner la détermination à blanc, effectuée pour vérifier la spécification de l'eau pour la détermination de l'indice PAN, par une détermination d'un échantillon témoin. Il convient de ne procéder à d'autres analyses de l'échantillon que si le blanc et l'échantillon témoin satisfont aux spécifications.

Si la valeur de l'indice PAN de l'eau pour la détermination de l'indice PAN est $> 0,67$ unité, répéter la détermination à blanc avec une solution fraîche de permanganate de potassium 0,002 mol/l (4.10) et, si nécessaire, avec une solution-mère fraîche de permanganate de potassium 0,020 mol/l (4.9).