
**Plastiques — Polyamides —
Détermination du ϵ -caprolactame et du
 ω -lauro lactame par chromatographie en
phase gazeuse**

*Plastics — Polyamides — Determination of ϵ -caprolactam and
 ω -lauro lactam by gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11337:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004>



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 11337:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004>

© ISO 2004

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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode A: Méthode par extraction	2
4.1 Principe	2
4.2 Réactifs	2
4.2.1 Méthanol	2
4.2.2 1-Dodécanol	2
4.2.3 ϵ-Caprolactame	2
4.3 Appareillage et matériaux	2
4.4 Préparation de l'échantillon pour essai	4
4.5 Mode opératoire	4
4.5.1 Prise d'essai	4
4.5.2 Extraction	4
4.5.3 Préparation de la solution d'étalon interne	4
4.5.4 Préparation de la solution d'échantillon	5
4.5.5 Préparation de la solution d'étalonnage	5
4.5.6 Analyse chromatographique en phase gazeuse des solutions d'échantillon et d'étalonnage	5
4.5.7 Évaluation des pics chromatographiques	5
4.6 Expression des résultats	6
4.7 Fidélité	6
4.8 Rapport d'essai	6
5 Méthode B: Méthode par dissolution	7
5.1 Principe	7
5.2 Réactifs	7
5.3 Appareillage	7
5.4 Préparation des solutions d'étalon interne	8
5.4.1 Étalon interne pour polyamide 6 non extrait	8
5.4.2 Étalon interne pour polyamide 6 extrait	9
5.4.3 Étalon interne pour polyamide 12	9
5.4.4 Préparation des solutions de référence	9
5.4.5 Étalonnage	10
5.5 Mode opératoire	10
5.5.1 Préparation de la solution d'essai	10
5.5.2 Évaluation des pics chromatographiques	11
5.5.3 Récupération du solvant	11
5.6 Expression des résultats	11
5.7 Fidélité	12
5.8 Rapport d'essai	12

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 2.

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 11337 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11337:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004>

Plastiques — Polyamides — Détermination du ϵ -caprolactame et du ω -lauro lactame par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut impliquer des produits chimiques, des matériaux et des opérations dangereux. Elle n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur de mettre en œuvre des pratiques de sécurité et d'hygiène adaptées et de déterminer l'applicabilité des limitations réglementaires avant toute utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour le dosage du ϵ -caprolactame et du ω -lauro lactame dans les polyamides. Elle convient particulièrement au dosage du ϵ -caprolactame dans le polyamide 6 et du ω -lauro lactame dans le polyamide 12. Compte tenu du fait que la chromatographie en phase gazeuse présente un large éventail de conditions possibles, la méthode spécifiée est celle qui a fait ses preuves dans la pratique.

Deux variantes de la méthode de base sont spécifiées:

- Méthode A, par extraction au méthanol en ébullition, où l'extrait est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse;
- Méthode B, utilisant un solvant, où la solution est injectée dans un chromatographe en phase gazeuse.

La méthode A est appropriée pour la détermination du ϵ -caprolactame et la méthode B pour celle du ϵ -caprolactame et du ω -lauro lactame.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 s'appliquent.

4 Méthode A: Méthode par extraction

4.1 Principe

Une prise d'essai est extraite au méthanol en ébullition et un petit volume d'extrait est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur à ionisation de flamme pour obtenir la séparation et la détection des constituants volatils. L'extrait contient également du 1-dodécanol comme étalon interne.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.2.1 Méthanol.

4.2.2 1-Dodécanol.

4.2.3 ϵ -Caprolactame.

4.3 Appareillage et matériaux

Appareillage courant de laboratoire, plus

4.3.1 Broyeur, pour réduire l'échantillon à la granulométrie requise.

Un broyeur dans lequel l'échantillon est pulvérisé à basse température est préférable. Les morceaux de taille importante peuvent être réduits à l'aide d'une paire de ciseaux avant d'être placés dans le broyeur.

4.3.2 Deux tamis, ayant une ouverture de maille de 710 μm et 500 μm respectivement, conformes aux exigences de l'ISO 565.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004>

4.3.3 Appareillage d'extraction, prévu pour recevoir un creuset d'extraction ou une cartouche en céramique poreuse contenant la prise d'essai.

La conception de l'appareillage doit être telle que le creuset ou la cartouche soient chauffés par la vapeur de méthanol montante. Sinon, l'appareillage peut être constitué d'un vase d'extraction muni d'un condenseur à reflux de type Soxhlet.

Des exemples d'appareillage d'extraction appropriés construits selon ce principe sont:

EXEMPLE 1

- vase d'extraction de 250 ml;
- chambre d'extraction pour recevoir le creuset d'extraction de telle sorte qu'il soit enveloppé de tous les côtés par la vapeur de méthanol montante et que le méthanol condensé y coule goutte à goutte en continu;
- triangle de verre pour soutenir le creuset;
- condenseur à reflux;
- creuset filtrant en verre fritté, d'ouverture de pore de 40 μm à 50 μm et de 30 ml de contenance;
- plaque de filtration en porcelaine de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset, avec pores de 0,4 mm de diamètre.

EXEMPLE 2

- vase d'extraction de 250 ml;
- extracteur Soxhlet à chemise;
- condenseur à reflux;
- creuset filtrant en verre fritté, d'ouverture de pore de 40 µm à 50 µm et de 30 ml de contenance, ou cartouche céramique de contenance comparable (les dimensions doivent être telles que le creuset ou la cartouche puissent être positionnés de façon satisfaisante dans l'extracteur Soxhlet);
- plaque de filtration en porcelaine de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset, avec pores de 0,4 mm de diamètre.

4.3.4 Dispositif de chauffage approprié pour l'appareillage d'extraction.**4.3.5 Balance analytique**, précise à 0,000 2 g.**4.3.6 Azote liquide** ou **dioxyde de carbone solide**, si nécessaire.**4.3.7 Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'un détecteur à ionisation de flamme.**a) Colonne**

Les colonnes suivantes conviennent:

- colonne en verre (∅ 3 mm × 1,6 m), remplie de Chromosorb W lavé à l'acide, de 0,149 mm à 0,177 mm de diamètre de particule (80 mesh à 100 mesh), enrobé de 10 % (en masse) de poly(éthylène glycol) 20M;
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-444444444444/iso-11337-2004>
- colonne capillaire en verre de silice (∅ 0,31 mm × 30 m), phase: 95 % diméthyl, 5 % diphenyl-polysiloxane, épaisseur de film 0,25 µm;
- colonne mégabore carbowax (∅ 0,53 mm × 15 m) offrant une efficacité de séparation comparable.

La méthode de remplissage n'est pas spécifiée, mais doit permettre d'obtenir une efficacité de séparation satisfaisante de la colonne. La colonne capillaire est préférée.

D'autres dimensions de colonne sont permises, mais uniquement s'il a été établi qu'elles permettent d'obtenir les mêmes résultats.

Des conditions de fonctionnement suggérées sont indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Conditions de fonctionnement du chromatographe en phase gazeuse

Élément	Valeur
Température de la colonne	200 °C
Température de l'injecteur	250 °C
Température du détecteur	250 °C
Gaz vecteur	Hélium ou azote
Débit du gaz vecteur	20 ml/min.

b) Détecteur

Utiliser un détecteur à ionisation de flamme dont les débits d'hydrogène et d'air peuvent être réglés pour obtenir:

- une sensibilité élevée;
- une réponse linéaire sur toute la plage de concentrations mesurées;
- un effet non significatif des petites fluctuations du débit sur la réponse et la sensibilité.

4.3.8 Microseringues, permettant d'injecter de 1 µl à 10 µl.

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever un échantillon représentatif du polymère et le moudre dans le broyeur (4.3.1). Broyer le matériau par petites portions pour éviter un échauffement exagéré (c'est-à-dire pour éviter que la température ne monte au-delà d'environ 400 °C), en laissant refroidir le broyeur entre deux portions. Du dioxyde de carbone solide ou de l'azote liquide (4.3.6) peuvent être broyés avec le polymère afin d'éviter l'échauffement. Avec un broyeur de grande dimension, présentant une capacité thermique supérieure, de telles précautions peuvent ne pas être nécessaires. Recueillir la fraction passant au travers du tamis (4.3.2) de 710 µm d'ouverture de maille, et retenue par le tamis de 500 µm d'ouverture de maille.

4.5 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, ($5 \pm 0,5$) g (masse m_0) de l'échantillon pour essai dans le creuset filtrant ou la cartouche poreuse (voir 4.3.3). Dans le cas d'échantillons à faible concentration, il est préférable d'augmenter la masse de la prise d'essai de telle sorte qu'elle contienne environ 0,01 g à 0,05 g de ϵ -caprolactame.

NOTE Les polyamides peuvent contenir une petite quantité d'eau, comprise dans la masse de la prise d'essai (m_0). La teneur en eau n'est pas prise en compte dans le calcul de la matière extractible au méthanol car son effet est minime par rapport à la variance du dosage.

4.5.2 Extraction

Couvrir la prise d'essai (voir 4.5.1) avec la plaque de filtration, verser environ 50 ml du méthanol (4.2.1), dans le vase d'extraction, placer le creuset ou la cartouche contenant la prise d'essai dans la chambre d'extraction et monter le condenseur sur la chambre. Chauffer le solvant dans le vase jusqu'à ébullition. En cas d'utilisation de l'appareillage décrit en 4.3.3, Exemple 1, régler le taux de reflux de une goutte à deux gouttes par seconde et s'assurer que les gouttes tombent dans le creuset. En cas d'utilisation de l'extracteur Soxhlet décrit en 4.3.3, Exemple 2, régler le chauffage afin d'obtenir cinq à huit siphonnements par heure.

Poursuivre l'extraction pendant $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$, puis laisser refroidir l'extracteur jusqu'à température ambiante, pendant la nuit si nécessaire.

Retirer le vase d'extraction avec son contenu et procéder à l'analyse chromatographique en phase gazeuse selon le mode opératoire suivant:

4.5.3 Préparation de la solution d'étalon interne

Peser, à 0,000 2 g près, 2 g de 1-dodécanol et transvaser dans une fiole jaugée de 1 l. Dissoudre dans du méthanol et compléter au volume avec ce même solvant.

4.5.4 Préparation de la solution d'échantillon

Transvaser l'extrait obtenu en 4.5.2 dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 10 ml de la solution d'étalon interne préparée en 4.5.3. Rincer le vase d'extraction avec une petite quantité de méthanol, ajouter le produit de rinçage à la fiole jaugée et compléter au volume avec du méthanol.

4.5.5 Préparation de la solution d'étalonnage

Peser, à 0,000 2 g près, 0,05 g de ϵ -caprolactame et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'étalon interne préparée en 4.5.3. Dissoudre. Compléter au volume avec du méthanol.

4.5.6 Analyse chromatographique en phase gazeuse des solutions d'échantillon et d'étalonnage

Injecter un volume approprié, entre 1 μ l et 10 μ l (en fonction de la sensibilité du détecteur utilisé), de la solution d'étalon interne préparée en 4.5.4 ou de la solution d'étalonnage préparée en 4.5.5.

NOTE En cas d'utilisation d'une colonne capillaire, il est recommandé de limiter le volume injecté à 5 μ l afin d'éviter de surcharger la colonne.

Le volume injecté n'est pas critique pour les résultats, mais doit être identique pour les solutions d'échantillon et d'étalonnage correspondantes. Toujours enregistrer le chromatogramme d'étalonnage avec le même réglage de sensibilité que celui utilisé pour le chromatogramme d'échantillon correspondant.

Un étalonnage multipoints est recommandé. À cette fin, préparer une série de trois solutions d'étalonnage avec des concentrations croissantes dans la plage de concentrations attendues de ϵ -caprolactame dans la solution d'échantillon. Exprimer le résultat par la valeur moyenne des trois facteurs d'étalonnage obtenus.

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme jusqu'à élution complète du ϵ -caprolactame et de l'étalon interne, puis purger la colonne avec le gaz vecteur jusqu'à ce que la ligne de base normale soit rétablie.

4.5.7 Évaluation des pics chromatographiques

Les temps de rétention du ϵ -caprolactame, du méthanol et du 1-dodécanol doivent être connus, tout au moins les uns par rapport aux autres. Les valeurs dépendent de la longueur de la colonne, de la température de la colonne et de plusieurs autres paramètres, et peuvent varier en fonction de la compacité du remplissage de la colonne et de l'âge de la colonne. Des temps de rétention typiques sont indiqués dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Temps de rétention typiques

Substance	Temps de rétention en minutes	Temps de rétention relativement au 1-dodécanol
Méthanol	2,80	0,21
ϵ -Caprolactame	5,14	0,39
1-Dodécanol	13,17	1,0

Déterminer les surfaces de pics du ϵ -caprolactame et du 1-dodécanol

a) par intégration électronique,

ou

b) par estimation à l'aide de l'équation: surface de pic = hauteur du pic \times largeur à mi-hauteur.

Le recours à la méthode b) n'est recommandé que pour les pics présentant une ligne de base horizontale et dont la forme se rapproche le plus possible d'un triangle isocèle, afin de réduire au minimum l'inexactitude des mesures. La méthode choisie d'évaluation des pics doit être identique pour les pics correspondants de la solution d'échantillon et de la solution d'étalonnage.

4.6 Expression des résultats

La teneur en ϵ -caprolactame, w , dans l'échantillon analysé est calculée, en pourcentage en masse, par l'équation:

$$w = \frac{A_{s'} \times A_a \times m_{a'}}{A_s \times A_{a'} \times m_0} \times 100 = \frac{A_a \times A_{a'} \times m_{s'}}{A_s \times f \times A_{s'} \times m_0} \times 100$$

où

A_s est la surface de pic du 1-dodécanol dans la solution d'essai;

$A_{s'}$ est la surface de pic du 1-dodécanol dans la solution d'étalonnage;

A_a est la surface de pic du ϵ -caprolactame dans la solution d'essai;

$A_{a'}$ est la surface de pic du ϵ -caprolactame dans la solution d'étalonnage;

$m_{a'}$ est la quantité de ϵ -caprolactame, en grammes, pesée et ajoutée à la solution d'étalonnage en 4.5.5;

$m_{s'}$ est la quantité de 1-dodécanol, en grammes, pesée et ajoutée à la solution d'étalonnage en 4.5.5;

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

f est le rapport des facteurs d'étalonnage du ϵ -caprolactame ($f_{a'}$) et du 1-dodécanol ($f_{s'}$) dans la solution d'étalonnage:

$$f = \frac{f_{a'}}{f_{s'}} = \frac{A_{a'} \times m_{s'}}{A_{s'} \times m_{a'}}$$

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11337:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-141d83a8851c/iso-11337-2004>

4.7 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue parce qu'il n'existe pas de données interlaboratoires à l'heure actuelle. Des données interlaboratoires sont en voie d'être réunies et seront insérées lors de la prochaine révision.

4.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les particularités suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète du polyamide soumis à l'essai;
- c) tout écart par rapport aux spécifications du chromatographe en phase gazeuse et par rapport au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale;
- d) la teneur en ϵ -caprolactame, exprimée en pourcentage en masse;
- e) la date du dosage.

5 Méthode B: Méthode par dissolution

5.1 Principe

Une petite quantité de l'échantillon à analyser (environ 0,5 g) est dissoute dans une quantité adaptée d'un solvant approprié contenant une quantité adéquate d'étalon interne.

Un volume approprié de la solution ainsi obtenue est ensuite injecté dans un chromatographe en phase gazeuse pour séparer le ϵ -caprolactame ou le ω -laurolactame de l'étalon interne et permettre de déterminer les surfaces de pic.

NOTE Cette méthode utilise du ϵ -caprolactame ou du ω -laurolactame comme étalon interne et il importe donc de s'assurer avant le dosage que l'échantillon ne contient pas lui-même de l'étalon interne.

5.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique ou de la qualité spécifiée.

5.2.1 2,2,2- Trifluoroéthanol (TFE).

5.2.2 Trichlorométhane (chloroforme).

5.2.3 ϵ -Caprolactame, pureté minimale 99,5 %.

5.2.4 ω -Laurolactame, pureté minimale 99,5 %.

5.2.5 Éthanol anhydre.

ITeK STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.3 Appareillage

ISO 11337:2004

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-d83a8851c/iso-11337-2004)

Appareillage courant de laboratoire, plus [d83a8851c/iso-11337-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/491194a9-0fbf-4647-be92-d83a8851c/iso-11337-2004)

5.3.1 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un injecteur pour échantillons liquides et d'un insert en verre rodé (pouvant être retiré pour nettoyage périodique) pouvant éliminer les résidus polymériques non volatils, ainsi que d'un détecteur à ionisation de flamme (DIF) et d'un enregistreur (ou, mieux, d'un ordinateur-intégrateur).

a) Colonne

Une colonne en verre (\varnothing 2 mm \times 1 m), remplie de Chromosorb W (80 mesh à 100 mesh), enrobé de 10 % (en masse) de poly(éthylène glycol) 20M convient.

Il est possible d'utiliser d'autres colonnes similaires offrant une efficacité de séparation équivalente (par exemple une colonne capillaire).

La méthode de remplissage n'est pas spécifiée, mais doit permettre d'obtenir une efficacité de séparation satisfaisante de la colonne.

D'autres dimensions de colonne sont permises, mais uniquement s'il a été établi qu'elles permettent d'obtenir les mêmes résultats.

Des conditions de fonctionnement suggérées sont indiquées dans le Tableau 3.

Les températures et taux de montée en température suggérés ne sont pas les seuls possibles. Toutes autres valeurs de température et de taux de montée en température produisant une bonne séparation du solvant, du ϵ -caprolactame et du ω -laurolactame, ainsi que des formes de pic valables, sont acceptables.