
**Plastiques — Résines phénoliques —
Détermination de la teneur en
hexaméthylènetétramine — Méthode
Kjeldahl, méthode à l'acide perchlorique
et méthode à l'acide chlorhydrique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Plastics — Phenolic resins — Determination of hexamethylenetetramine
content — Kjeldahl method, perchloric acid method and hydrochloric
acid method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 8988:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-
f092a13e7272/iso-8988-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)



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 8988:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006>

© ISO 2006

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 Méthode de Kjeldahl	1
4 Méthode à l'acide perchlorique	3
5 Méthode à l'acide chlorhydrique	5
6 Rapport d'essai	7

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8988:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006>

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 8988 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8988:1995), dont elle constitue une révision technique. En particulier, elle inclut la méthode à l'acide chlorhydrique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006>

Plastiques — Résines phénoliques — Détermination de la teneur en hexaméthylènetétramine — Méthode Kjeldahl, méthode à l'acide perchlorique et méthode à l'acide chlorhydrique

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes pour la détermination de la teneur en hexaméthylènetétramine des résines phénoliques. Les trois méthodes sont équivalentes. La méthode de Kjeldahl décrite dans l'Article 3 n'est pas applicable s'il y a d'autres constituants renfermant de l'azote dans la résine phénolique. La méthode à l'acide perchlorique et la méthode à l'acide chlorhydrique décrites respectivement dans les Articles 4 et 5 sont seulement applicables s'il n'y a pas d'autres additifs basiques ou acides dans la résine. Si la résine contient des additifs pouvant être oxydés par l'acide perchlorique, seule la méthode à l'acide chlorhydrique (Article 5) est applicable.

[ISO 8988:2006](https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

[https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-](https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

[f092a13e7272/iso-8988-2006](https://standards.iso.org/standards/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-f092a13e7272/iso-8988-2006)

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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

3 Méthode de Kjeldahl

AVERTISSEMENT — Pour des raisons de sécurité, le dosage par la méthode de Kjeldahl doit être effectué sous une hotte ventilée.

3.1 Généralités

Le présent article spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en azote total, exprimée en hexaméthylènetétramine, des résines phénoliques. La méthode est applicable à des teneurs en hexaméthylènetétramine $\geq 0,5$ % (par masse).

3.2 Principe

L'hexaméthylènetétramine présente dans une prise d'essai est convertie en bisulfate d'ammonium par décomposition dans de l'acide sulfurique concentré chaud, en présence d'un catalyseur.

Le bisulfate d'ammonium est converti en sulfate de sodium et ammoniac par réaction avec l'hydroxyde de sodium.

L'ammoniac est distillé et recueilli dans de l'acide chlorhydrique.

L'excès d'acide chlorhydrique est titré avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence d'un indicateur colorimétrique.

3.3 Réactifs

Sauf indication contraire, au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et exempts d'azote, et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.3.1 Acide sulfurique, concentré.

3.3.2 Mélange réactif de Kjeldahl, comprenant 97 g de sulfate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 1,5 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) et 1,5 g de sélénium (Se).

3.3.3 Hydroxyde de sodium, solution à 30 % (par masse).

3.3.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$.

3.3.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l}$.

3.3.6 Indicateur mixte, solution.

Dissoudre 60 mg de rouge de méthyle et 40 mg de bleu de méthylène dans 100 ml d'éthanol.

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire ainsi que les appareils suivants:

3.4.1 Fiole de Kjeldahl, de 250 ml ou 300 ml de capacité, pour la minéralisation.

3.4.2 Appareil de distillation (divers modèles sont disponibles sur le marché).

3.4.3 Burette, de 50 ml de capacité, graduée en 0,1 ml, conforme à l'ISO 385.

3.4.4 Balance analytique, précise à 1 mg.

3.4.5 Grains de carbure de silicium, utilisés comme régulateurs d'ébullition.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Minéralisation

Peser environ 1 g à 2 g de résine phénolique à 1 mg près dans une fiole de Kjeldahl (3.4.1). Ajouter 5 g de mélange réactif (3.3.2) et 25 ml d'acide sulfurique concentré (3.3.1). Chauffer avec beaucoup de soin jusqu'à ce que le mélange de décomposition, qui initialement est noir ou ambre, devienne clair. Lorsque le mélange est clair, accroître la vitesse de chauffe durant 5 min au-delà du changement de couleur; il peut éventuellement bouillir. Laisser le liquide de décomposition refroidir presque jusqu'à température ambiante, juste avant solidification. Ajouter avec précaution 100 ml d'eau et transvaser la solution de manière totale, en rinçant avec de l'eau, dans la fiole de l'appareil de distillation. Ajouter quelques grains de carbure de silicium (3.4.5), pour éviter toute projection, et deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (3.3.6). À cette solution, ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium à 30 % (par masse) (3.3.3) jusqu'à obtention d'une réaction alcaline. Ensuite, distiller l'ammoniac qui se forme, avec la vapeur d'eau, en recueillant le distillat dans un récipient contenant 50 ml d'acide chlorhydrique (3.3.4). Poursuivre la distillation jusqu'à ce que environ 300 ml d'eau aient été recueillis.

3.5.2 Titration

Lorsque la distillation est complète, ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur mixte (3.3.6) au contenu du récipient de réception du distillat et titrer l'excès d'acide chlorhydrique avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.5) à l'aide de la burette (3.4.3).

3.6 Expression des résultats

La teneur en hexaméthylènetétramine, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule:

$$\frac{0,35 (V_0 - V_1)}{m_0}$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique (3.3.4) introduit dans le récipient de réception du distillat;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.5) utilisé pour le titrage en retour;

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

3.7 Reproductibilité

Les résultats sont reproductibles à 0,30% (par masse) d'hexaméthylènetétramine.

3.8 Nombre de déterminations

ISO 8988:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-1023c0713040/iso-8988-2006>

Effectuer deux déterminations. Dans le cas où les résultats diffèrent de plus de 5 %, refaire deux autres déterminations. Si ce n'est pas le cas, calculer la moyenne arithmétique des deux résultats individuels.

4 Méthode à l'acide perchlorique

4.1 Généralités

Le présent article spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en hexaméthylènetétramine des résines phénoliques par titrage direct. Les résultats de la détermination peuvent être influencés par la présence d'additifs acides ou basiques. Dans ce cas, l'utilisation de la méthode de Kjeldahl est préconisée. En présence d'additifs oxydables par l'acide perchlorique, utiliser la méthode à l'acide chlorhydrique.

La méthode est applicable à des teneurs en hexaméthylènetétramine $\geq 0,3$ %.

4.2 Principe

Une des fonctions amine tertiaire de l'hexaméthylènetétramine présente dans une prise d'essai est déterminée par titrage avec de l'acide perchlorique.

4.3 Réactifs

Sauf indication contraire, au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et exempts d'azote, et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.3.1 Hexaméthylènetétramine, sèche.

4.3.2 Acétone, qualité analytique.

4.3.3 Acide perchlorique, solution à 70 % (par volume).

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique est dangereux en présence de matières organiques car une explosion peut se produire en cas d'excès d'acide perchlorique.

4.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire ainsi que les appareils suivants:

4.4.1 Agitateur magnétique.

4.4.2 Burette automatique, d'un volume nominal au moins égal à 15 ml, graduée en 0,1 ml, avec robinet en polytétrafluoréthylène.

4.4.3 Bêchers, de 100 ml de capacité.

4.4.4 Éprouvette graduée, de 1 000 ml de capacité.

4.4.5 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

4.4.6 pH-mètre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Préparation et titrage de la solution acétonique d'acide perchlorique

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7078c842-253c-44ed-b857-1013a1217072/iso-8988-2006)

Ajouter 1 000 ml d'acétone (4.3.2), puis 8 ml de solution d'acide perchlorique (4.3.3) dans une éprouvette graduée de 1 000 ml de capacité (4.4.4). Bien mélanger.

Étalonner la solution de titrage ainsi préparée avec de l'hexaméthylènetétramine (4.3.1) de la manière décrite ci-après.

Peser, à 0,1 mg près, environ 150 mg à 170 mg d'hexaméthylènetétramine (4.3.1) dans un bécher de 100 ml de capacité (4.4.3).

Ajouter 30 ml à 40 ml d'acétone (4.3.2), et titrer de la manière décrite en 4.5.2.

NOTE Le noircissement de la solution est sans effet sur le résultat du titrage.

Le titre, T , exprimé en milligrammes d'hexaméthylènetétramine par millilitre de solution, est donné par la formule:

$$\frac{m_1}{V_2}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, d'hexaméthylènetétramine;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique nécessaire pour obtenir un pH juste au-dessous de zéro.

4.5.2 Titrage

Peser, à 1 mg près, une masse de résine phénolique égale à environ 100 fois le titre déterminé en 4.5.1 dans un bécher de 100 ml de capacité, ajouter 30 ml à 40 ml d'acétone (4.3.2) et introduire un barreau aimanté. Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (4.4.1). Introduire l'électrode de verre du pH-mètre (4.4.6) et mettre en route l'agitateur et le pH-mètre. Après dissolution de la résine, ajouter lentement, goutte à goutte, la solution titrée d'acide perchlorique préparée en 4.5.1 jusqu'à ce que le pH chute soudainement au-dessous de zéro. Étant donné que la résine se dissout plus rapidement dans l'acétone que l'hexaméthylènetétramine, le pH peut croître de nouveau au-dessus de zéro car des résidus d'hexaméthylènetétramine peuvent continuer à se dissoudre. Poursuivre le titrage jusqu'à ce que le pH soit constant, juste au-dessous de zéro.

4.6 Expression des résultats

La teneur en hexaméthylènetétramine, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule:

$$\frac{V_2 \times T \times 100}{m_0}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique utilisée pour le titrage;

T est le titre, exprimé en milligrammes d'hexaméthylènetétramine par millilitre, de la solution d'acide perchlorique déterminée en 4.5.1;

m_0 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai.

4.7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations. Dans le cas où les résultats diffèrent de plus de 5 %, refaire deux autres déterminations. Si ce n'est pas le cas, calculer la moyenne arithmétique des deux résultats individuels.

5 Méthode à l'acide chlorhydrique

5.1 Généralités

Le présent article spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en hexaméthylènetétramine des résines phénoliques par titrage direct avec de l'acide chlorhydrique. Les résultats de la détermination peuvent être influencés par la présence d'additifs acides ou basiques. Dans ce cas, l'utilisation de la méthode de Kjeldahl est préconisée.

La méthode est applicable à des teneurs en hexaméthylènetétramine $\geq 0,3$ %.

5.2 Principe

En fonction de la solubilité du système de résine, deux modes opératoires sont possibles:

Mode opératoire A: La résine est dissoute dans un mélange de butanol et d'éthylène glycol, et la teneur en hexaméthylènetétramine est déterminée par titrage potentiométrique avec une solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,10$ mol/l. Si la résine contient des agents modifiants qui ne sont pas solubles dans le mélange solvant, un cosolvant tel l'acétone peut être ajouté.

Mode opératoire B: La résine est dissoute dans un mélange d'acétone et d'eau, et la teneur en hexaméthylènetétramine est déterminée avec une solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,2$ mol/l.