
**Plastiques — Poly(chlorure de vinyle) —
Détermination du chlorure de vinyle
monomère résiduel — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Plastics — Poly(vinyl chloride) — Determination of residual vinyl chloride
monomer — Gas-chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6401:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cf9-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cf9-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>



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 6401:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cf919-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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
1	Domaine d'application 1
2	Références normatives 1
3	Termes et définitions 1
4	Principe 1
5	Échantillonnage 1
6	Appareillage 2
7	Réactifs et matériaux 2
8	Mode opératoire 3
9	Calcul 4
10	Fidélité 4
11	Rapport d'essai 5
Annexe A (informative) Colonnes appropriées de chromatographie en phase gazeuse pour la détermination du monomère de chlorure de vinyle 6	
Annexe B (informative) Réponses types pour les solutions étalons de monomère de chlorure de vinyle 7	

(standards.iteh.ai)

[ISO 6401:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>

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 6401 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 6401:1985), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>

Plastiques — Poly(chlorure de vinyle) — Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer du respect de la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlorure de vinyle monomère dans les résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle et matériaux composés. Cette méthode repose sur la dissolution de l'échantillon et sur la chromatographie en phase gazeuse à «espace de tête». La concentration en chlorure de vinyle peut être déterminée entre 0,1 mg/kg et 3,0 mg/kg.

Pour les déterminations en interne, le secteur de l'industrie a pour habitude d'utiliser une «méthode sèche», adaptée aux résines PVC mais pas aux matériaux composés. Une autre Norme internationale s'appuyant sur cette méthodologie est en cours d'élaboration.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>

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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 s'appliquent.

4 Principe

Le niveau de chlorure de vinyle monomère est déterminé par chromatographie en phase gazeuse à «espace de tête» de l'échantillon pour essai du polymère dissous ou gonflé dans du *N,N*-diméthylacétamide.

5 Échantillonnage

Un échantillon représentatif doit être prélevé.

En raison de la volatilité du chlorure de vinyle, un gradient de concentration peut se former sur les échantillons de résine accumulés. Il est recommandé de refroidir l'échantillon avant de procéder à l'échantillonnage, il faut cependant éviter la condensation de l'humidité. La préparation des échantillons doit s'effectuer le plus rapidement possible pour minimiser les pertes de monomère résiduel. En cas d'échange d'échantillons entre

laboratoires ou de nécessité de stockage, il convient d'isoler les échantillons dans des bouteilles ou des flacons en verre parfaitement remplis et hermétiquement fermés (par exemple 6.5, 6.6).

6 Appareillage

Appareils de laboratoire normalisés ainsi que l'appareillage suivant.

6.1 Chromatographe en phase gazeuse, muni d'un échantillonneur «espace de tête» automatique et statique.

6.2 Détecteur à ionisation de flamme.

6.3 Colonne de chromatographie.

Le signal obtenu avec une solution contenant 0,01 mg de chlorure de vinyle par litre doit être au moins égal à trois fois le bruit de la ligne de base. La limite de détection de la méthode est de 0,1 mg/kg de chlorure de vinyle dans les échantillons pour essai. Des exemples de colonnes appropriées sont donnés dans le Tableau A.1 de l'Annexe A.

6.4 Systèmes de traitement des données, pour l'acquisition et l'évaluation des étapes de la chromatographie en phase gazeuse.

6.5 Bouteilles en verre, d'une capacité de 30 ml, avec des septums en silicone et des bouchons en aluminium revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

6.6 Fioles en verre (22,5 ml) avec des septums en silicone et des bouchons en aluminium revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

6.7 Instruments de crêpage et de débouchage, pour sceller et déboucher les fioles.

6.8 Pipettes en verre, de capacités 25 ml et 10 ml.

6.9 Microseringues, de capacités 500 µl et 100 µl.

6.10 Seringue en verre étanche au gaz, d'une capacité de 10 ml et comportant un blocage.

6.11 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

7 Réactifs et matériaux

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

AVERTISSEMENT — Le chlorure de vinyle est une substance dangereuse et est un gaz à température ambiante. En conséquence, la préparation des solutions doit être effectuée uniquement sous une hotte bien ventilée.

7.1 Chlorure de vinyle, d'une pureté supérieure à 99,5 %. La bouteille de gaz de chlorure de vinyle doit être équipée d'un adaptateur de seringue.

7.2 N,N-diméthylacétamide, de masse volumique $\rho = 0,937$ g/ml. Le solvant ne doit pas contenir d'impuretés ayant le même temps de rétention chromatographique que le chlorure de vinyle dans les conditions de l'essai.

AVERTISSEMENT — Le N,N-diméthylacétamide est aussi une substance dangereuse.

7.3 Détecteur de gaz et vecteur, utilisant des gaz de haute pureté pour atteindre les faibles limites de quantification requises.

7.4 Chlorure de vinyle, solution étalon, correspondant à environ 1 600 mg/l de chlorure de vinyle.

Dans une bouteille en verre de 30 ml (6.5), verser à l'aide d'une pipette en verre (6.8) 25 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2) et reboucher la bouteille avec un septum en silicone revêtu de PTFE. Peser (à 0,1 mg près) la bouteille contenant le *N,N'*-diméthylacétamide. Incorporer ensuite 10 ml de gaz de chlorure de vinyle à travers le septum dans le *N,N'*-diméthylacétamide (extrémité de l'aiguille de la seringue sous la surface du liquide) à l'aide de la seringue de 10 ml étanche au gaz (6.10) et préalablement rincée, en évitant tout frelatage de l'air de la bouteille. Nommer cette solution solution A.

Répéter ce mode opératoire avec une nouvelle bouteille en verre de 30 ml et nommer la solution obtenue solution B.

Laisser reposer les deux bouteilles pendant 2 h à température ambiante pour permettre l'adsorption totale de chlorure de vinyle. Effectuer une seconde pesée à 0,1 mg près pour déterminer la masse du monomère ajouté. Dans la solution étalon, la masse du chlorure de vinyle est d'environ 40 mg en fonction de la pression de la bouteille. Enregistrer la concentration en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre dans les solutions A et B.

Conserver ces solutions dans un réfrigérateur.

7.5 Chlorure de vinyle, solutions mères des étalons de travail, correspondant à environ 32 mg de chlorure de vinyle.

Dans une bouteille en verre de 30 ml, ajouter à l'aide d'une pipette en verre, 25 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2), fermer hermétiquement avec un septum en silicone revêtu de PTFE et d'un bouchon. Transférer 500 µl de la solution A à travers le septum dans la bouteille à l'aide d'une seringue appropriée.

Répéter l'opération pour la solution B et étiqueter les deux solutions étalons diluées solution C et solution D.

Enregistrer la concentration en chlorure de vinyle des solutions mères d'étalons de travail, en milligrammes par litre.

7.6 Solutions d'étalonnage du chlorure de vinyle, correspondant à des concentrations comprises entre 0 mg/l et environ 0,3 mg/l de chlorure de vinyle.

Prendre sept flacons à «espace de tête» de 22,5 ml (6.6) et ajouter dans chacun d'eux, à l'aide d'une pipette en verre, 10 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2). À l'aide d'une seringue de 100 µl, transvaser 0 µl, 20 µl, 40 µl, 50 µl, 60 µl, 80 µl et 100 µl de la solution C dans les fioles individuelles et les fermer hermétiquement à l'aide d'un septum en silicone PTFE et d'un bouchon. Prendre deux nouveaux flacons à «espace de tête» de 22,5 ml et ajouter 10 ml de *N,N'*-diméthylacétamide. Ajouter ensuite dans ces flacons 20 µl de la solution D (donnant une concentration finale d'environ 0,06 mg/l) et fermer hermétiquement avec un septum et un bouchon. Ces deux dernières solutions sont utilisées comme solutions de contrôle.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des solutions d'essai

Peser 1 g d'échantillon (à 0,1 mg près) et le verser dans un flacon à «espace de tête» de 22,5 ml (couper les matériaux composés en petits morceaux) et ajouter 10 ml de diméthylacétamide. Fermer hermétiquement avec un septum en silicone PTFE puis reboucher la fiole. Répéter l'opération pour produire trois exemplaires des solutions pour essai pour chaque échantillon.

8.2 Chromatographie en phase gazeuse

En fonction du type de chromatographe en phase gazeuse et de colonne utilisée pour la détermination, établir les paramètres appropriés de la chromatographie en phase gazeuse et de la détection par ionisation de flamme.

NOTE Pour information, les profils des températures de la ligne de transfert du four des colonnes établis pour un chromatographe en phase gazeuse munie de la colonne 2 décrite dans l'Annexe A sont:

Température de la ligne de transfert: 150 °C.

Température du four tubulaire: isotherme à 80 °C pendant 2 min, 80 °C à 170 °C, à 5 °C/min, puis 170 °C à 230 °C, à 20 °C/min. Dans ces conditions, le chlorure de vinyle élué à 8,4 min.

8.3 Détermination

Transvaser les solutions pour essai, les flacons étalons et les deux solutions de contrôle sur l'échantillonneur à «espace de tête» statique. Stabiliser les échantillons pendant 1 h à 70 °C avant l'analyse.

Les paramètres d'opération proposés pour l'échantillonneur à «espace de tête» sont:

température de l'aiguille: 150 °C;

temps de mise en pression: 1,0 min;

temps d'injection: 0,1 min;

temps de retrait: 0,5 min.

8.4 Préparation du graphique d'étalonnage

Reporter sur un graphique les teneurs en chlorure de vinyle des solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre, par rapport aux aires de pics correspondantes.

ISO 6401:2008

9 Calcul

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe7cfe19-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>

À partir du graphique d'étalonnage, déterminer la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre, des trois solutions pour essai et des deux solutions de contrôle.

La teneur en chlorure de vinyle de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule:

$$c \times 10/m$$

où

c est la concentration en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre de la solution pour essai, déterminée à partir du graphique d'étalonnage;

m est la masse, en grammes, de chlorure de vinyle dans la solution pour essai.

Confirmer que les données obtenues sur les solutions de contrôle donnent la concentration attendue (selon le critère de répétabilité de la méthode, à déterminer). Si tel est le cas, consigner dans le rapport les résultats individuels pour chacune des trois solutions pour essai, de même que leur moyenne arithmétique et l'écart-type par rapport à la moyenne.

10 Fidélité

Elle sera déterminée par un essai interlaboratoires.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète de la matière soumise à essai;
- c) les résultats individuels pour les solutions pour essai, leur moyenne arithmétique et l'écart-type;
- d) la teneur attendue et mesurée en monomère de chlorure de vinyle des deux solutions de contrôle;
- e) tout écart par rapport à la présente Norme internationale;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6401:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f67cf619-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f67cf619-d050-4aae-8c32-48e04148c1cd/iso-6401-2008>