
**Plastiques — Détermination du taux de
cendres —**

**Partie 1:
Méthodes générales**

Plastics — Determination of ash —

Part 1: General methods
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d21d5e5d-68d1-4c74-a461-a96a4e94ba3d/iso-3451-1-2008>



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 3451-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d21d5e5d-68d1-4c74-a461-a96a4e94ba3d/iso-3451-1-2008>



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

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs (uniquement pour les méthodes B et C)	2
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Prise d'essai	3
7.2 Conditions d'essai	4
7.3 Méthode A — Calcination directe	4
7.4 Méthode B — Calcination après traitement à l'acide sulfurique après combustion	5
7.5 Méthode C — Calcination après traitement à l'acide sulfurique avant combustion	5
8 Nombre d'essais	5
9 Expression des résultats	6
10 Fidélité	6
11 Rapport d'essai	6

ISO 3451-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d21d5e5d-68d1-4c74-a461-a96a4e94ba3d/iso-3451-1-2008>

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 3451-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3451-1:1997) qui a fait l'objet d'une révision technique, en particulier en ce qui concerne la masse de la prise d'essai à prélever (voir 7.1).

L'ISO 3451 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination du taux de cendres*:

- *Partie 1: Méthodes générales*
- *Partie 2: Matières poly(téréphtalate d'alkylène)*
- *Partie 3: Acétate de cellulose non plastifié*
- *Partie 4: Polyamides*
- *Partie 5: Poly(chlorure de vinyle)*

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 1: Méthodes générales

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'est pas censé 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 partie de l'ISO 3451 spécifie des méthodes générales et les conditions d'essai appropriées correspondantes qui permettent de déterminer le taux de cendres d'une gamme de plastiques (résines et compositions). Les conditions particulières choisies peuvent figurer dans les spécifications relatives au matériau plastique considéré.

Les conditions particulières applicables aux poly(téréphtalates d'alkylène), à l'acétate de cellulose non plastifié, aux polyamides et aux poly(chlorures de vinyle), y compris certaines matières contenant des charges spécifiques, renforcés de fibres de verre et ignifugés, sont spécifiées dans l'ISO 3451-2, l'ISO 3451-3, l'ISO 3451-4 et l'ISO 3451-5.

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

Trois méthodes principales permettent de déterminer le taux de cendres d'un matériau organique, à savoir:

- a) la calcination directe, qui consiste à brûler la matière organique et à traiter le résidu à haute température jusqu'à l'obtention d'une masse constante (méthode A);
- b) la calcination après sulfatation, qui peut être effectuée de deux façons différentes:
 - 1) Avec un traitement à l'acide sulfurique après combustion, c'est-à-dire en brûlant la partie organique et en transformant le résidu organique en sulfates au moyen d'acide sulfurique concentré, puis en traitant le résidu ainsi obtenu à haute température jusqu'à l'obtention d'une masse constante. C'est la méthode couramment employée pour obtenir des «cendres sulfatées» (méthode B).
 - 2) Avec un traitement à l'acide sulfurique avant combustion, c'est-à-dire en chauffant la matière organique avec de l'acide sulfurique concentré jusqu'à une température provoquant un dégagement de fumées et, par la suite, la combustion de la matière organique, puis en traitant le résidu ainsi obtenu à haute température jusqu'à l'obtention d'une masse constante (méthode C). Ce mode opératoire peut être utilisé si la combustion de la matière organique est susceptible d'être accompagnée d'une évaporation d'halogénures de métaux volatils. Il n'est pas applicable aux silicones ou au polymères fluorés.

Dans chaque cas, le stade final du mode opératoire est une calcination à 600 °C, 750 °C, 850 °C ou 950 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante (voir 7.2).

NOTE La masse de cendres peut varier avec la température d'inflammation. Ainsi, des températures élevées, 850 °C par exemple, transformeront le carbonate de calcium et d'autres carbonates en oxydes, donnant ainsi des valeurs inférieures pour le taux de cendres.

(standards.iteh.ai)

5 Réactifs (uniquement pour les méthodes B et C)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d21d5e5d-68d1-4c74-a461->

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Carbonate d'ammonium, anhydre.

5.2 Nitrate d'ammonium, solution à environ 10 % (fraction massique).

5.3 Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

AVERTISSEMENT — Produit très corrosif. Manipuler sous hotte à fumées, en protégeant la peau et les yeux. Il réagit de manière exothermique au contact de l'eau.

5.4 Acide sulfurique, solution à 50 % (fraction volumique).

AVERTISSEMENT — Manipuler avec précaution. Préparer en versant lentement l'acide concentré dans l'eau.

6 Appareillage

6.1 Creuset, en quartz, porcelaine ou platine, inerte vis-à-vis du matériau essayé. L'utilisation d'un couvercle de creuset ou d'un verre de montre peut être utile pour les échantillons produisant de fines particules de cendres.

6.2 Brûleur à gaz, ou toute autre source de chaleur appropriée.

6.3 Four à moufle ou **four à micro-ondes**, réglable à $600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, $750\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$, $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ ou $950\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$, selon le cas.

6.4 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg.

6.5 Pipettes, de capacité appropriée (uniquement pour les méthodes B et C).

6.6 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace n'ayant pas d'influence chimique sur les cendres.

NOTE Dans certains cas, les cendres ont une affinité pour l'eau supérieure à celle des substances couramment utilisées en tant qu'agents déshydratants.

6.7 Vase à peser.

6.8 Hotte à fumées.

7 Mode opératoire

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1 Prise d'essai

Prélever une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour produire de 5 mg à 500 mg de cendres (voir Tableau 1). Dans le cas de matériaux renforcés, prélever une prise d'essai de 2 g. Si le taux de cendres probable n'est pas connu, en effectuer une détermination préliminaire. Selon le taux approximatif de cendres, choisir la taille de la prise d'essai à utiliser dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Taux approximatif de cendres %	Prise d'essai g	Masse de cendres obtenues mg
$\leq 0,01$	≥ 200	env. 5 à 10
$> 0,01$ et $\leq 0,05$	100	10 à 50
$> 0,05$ et $\leq 0,1$	50	25 à 50
$> 0,1$ et $\leq 0,2$	25	25 à 50
$> 0,2$ et ≤ 1	10	20 à 100
> 1 et ≤ 10	5	50 à 500
> 10	2	200

Pour les plastiques qui produisent très peu de cendres, il est nécessaire d'utiliser des prises d'essai plus importantes. Lorsqu'il est impossible de brûler la totalité de la prise d'essai en une seule fois, peser la quantité nécessaire dans un vase à peser de volume adéquat et l'introduire dans le creuset (6.1) par portions d'importance appropriée, en vue de procéder à une succession de combustions jusqu'à combustion de la totalité de la prise d'essai.

7.2 Conditions d'essai

La calcination doit être poursuivie jusqu'à l'obtention d'une masse constante telle que définie en 7.3.6, mais sa durée ne doit pas dépasser 3 h dans le four à moufle (6.3), à la température spécifiée.

Le choix de la température de calcination, et de l'emploi ou non de la méthode avec sulfatation, dépend de la nature du plastique et des additifs qu'il est susceptible de contenir. Si l'on a le choix entre plusieurs conditions également satisfaisantes, accorder la préférence à celles qui permettent l'obtention d'une masse constante en moins de 3 h. La mise en œuvre d'une température supérieure ou l'emploi de la sulfatation permet généralement de raccourcir la durée de la calcination.

Quelle que soit la méthode appliquée (A, B ou C), choisir l'une des plages de températures suivantes pour le stade final (calcination), à moins que d'autres températures ne soient requises pour des raisons impérieuses, d'ordre technique ou commercial:

600 °C ± 25 °C, 750 °C ± 50 °C, 850 °C ± 50 °C, 950 °C ± 50 °C.

Utiliser une hotte à fumées pour l'incinération.

Si, dans le cas de la méthode A, il peut être démontré de façon concluante que, pour un type d'échantillon donné, une incinération directe dans un four à moufle sans préchauffage ni inflammation de l'échantillon sur un bec Bunsen ou un dispositif équivalent donne le même résultat, alors cette version de la méthode A (incinération rapide) est admise. L'application de cette méthode d'incinération rapide doit être indiquée dans le rapport d'essai.

7.3 Méthode A — Calcination directe

7.3.1 Préparer le creuset (6.1) en le portant à la température d'essai dans le four à moufle (6.3) jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Le laisser refroidir dans le dessiccateur (6.6) pendant 1 h ou jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante, puis le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (6.4).

7.3.2 Introduire dans le vase à peser (6.7) taré une prise d'essai (pré-séchée selon la description donnée dans la spécification du matériau correspondante) prélevée sur un échantillon ayant une masse conforme au Tableau 1. Le peser de nouveau, à 0,1 mg près ou à 0,1 % de la masse de la prise d'essai. Si la prise d'essai correspondant à la quantité de cendres spécifiées dans le Tableau 1 ne remplit qu'à moitié, au plus, le creuset, cette quantité peut être introduite directement dans le creuset puis pesée dans celui-ci. Le mode opératoire décrit ci-après suppose néanmoins que ce ne sera pas le cas. Les matériaux très volumineux peuvent être comprimés en pastilles qui peuvent ensuite être cassées en fragments de grandeur appropriée.

7.3.3 Introduire suffisamment de prise d'essai pour remplir le creuset à moitié. Chauffer le creuset directement sur le brûleur ou sur tout autre dispositif de chauffage approprié (6.2) pour assurer une combustion lente jusqu'à élimination des matières volatiles. Répéter l'opération jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consumée.

7.3.4 Introduire le creuset dans le four à moufle porté au préalable à la température spécifiée et calciner pendant 30 min.

7.3.5 Placer le creuset dans le dessiccateur (6.6), le laisser refroidir pendant 1 h ou jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante, puis le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (6.4).

7.3.6 De nouveau, calciner dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention de la masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg.

7.3.7 Si un laboratoire peut apporter la preuve écrite que son mode opératoire aboutit à une masse constante, pour la durée et la température d'une seule calcination d'un matériau donné, ce mode opératoire dit «rapide» doit être admis et le rapport d'essai doit mentionner une seule calcination. En cas de litige, la méthode de référence doit être la calcination jusqu'à masse constante.

7.4 Méthode B — Calcination après traitement à l'acide sulfurique après combustion

7.4.1 Procéder comme spécifié en 7.3.1 à 7.3.3.

7.4.2 Après refroidissement, ajouter goutte à goutte, à l'aide d'une pipette de capacité appropriée (6.5), la solution d'acide sulfurique (5.4) de façon à humecter complètement le résidu, puis chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit terminé, en évitant de produire une ébullition trop vive.

7.4.3 S'il reste des traces de matériaux carbonés après le refroidissement, ajouter 1 à 5 gouttes de solution de nitrate d'ammonium (5.2) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches cesse complètement.

7.4.4 Pour transformer en sulfates les oxydes métalliques qui se sont formés au cours des opérations précédentes, ajouter, après refroidissement, environ 5 gouttes d'acide sulfurique concentré (5.3) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches soit terminé, en évitant de provoquer une ébullition trop vive ou une perte de cendres due à un dégagement excessif de fumées.

7.4.5 Après refroidissement, ajouter de 1 g à 2 g de carbonate d'ammonium solide (5.1) et chauffer en évitant les pertes de cendres jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit terminé. Placer ensuite le creuset dans le four à moufle porté à la température indiquée et procéder comme spécifié en 7.3.4, 7.3.5 et 7.3.6.

7.5 Méthode C — Calcination après traitement à l'acide sulfurique avant combustion

7.5.1 Cette méthode ne doit jamais être utilisée avec les silicones ou les polymères fluorés.

7.5.2 Procéder comme spécifié en 7.3.1 et 7.3.2.

7.5.3 Introduire suffisamment de prise d'essai pour remplir le creuset à moitié. À l'aide d'une pipette (6.5), ajouter une quantité suffisante d'acide sulfurique concentré (5.3) de façon à humecter complètement le matériau. Couvrir le creuset d'un verre de montre. Chauffer le creuset à petite flamme directement sur le brûleur jusqu'à ce que la matière organique commence à se décomposer.

Poursuivre le chauffage avec précaution en déplaçant légèrement le verre de montre pour chasser complètement l'acide, en veillant à ne perdre aucune matière contenant des cendres. Si le plastique soumis à l'essai a tendance à perdre des matières contenant des cendres, il est recommandé de placer le creuset et son contenu dans un trou ménagé dans une plaque de matériau résistant au feu (par exemple, fibre céramique) et de chauffer à petite flamme afin d'obtenir une combustion lente de la matière organique sans l'enflammer. Si la charge initiale contenue dans le creuset était insuffisante pour produire une masse acceptable de cendres, laisser refroidir le creuset, ajouter une autre partie de la prise d'essai et répéter les opérations décrites ci-dessus jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consommée. Enlever le verre de montre en s'assurant qu'aucune particule solide n'y adhère.

Lorsque l'acide sulfurique est susceptible de passer par capillarité sur le bord du creuset ou lorsque, malgré les précautions prises, une partie de la prise d'essai a tendance à être perdue en raison d'une réaction violente (ce qui se produit souvent avec le PVC), l'acide sulfurique concentré peut être remplacé par un mélange d'acide acétique concentré et d'acide sulfurique. L'emploi de ces mélanges d'acides doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et doit être mentionné dans le rapport d'essai.

7.5.4 Procéder comme spécifié en 7.4.3, 7.4.4 et 7.4.5.

8 Nombre d'essais

Il convient normalement de mentionner le nombre d'essais et la dispersion admissible des résultats dans la norme spécifique relative à chaque matériau. Si ces informations ne sont pas disponibles, effectuer deux déterminations, en répétant l'essai autant de fois que nécessaire jusqu'à ce que les résultats de deux déterminations successives ne diffèrent pas de plus de 10 % de leur moyenne.