
Norme internationale



599

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Plastiques — Polyamides — Détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant

Plastics — Polyamides — Determination of matter extractable by boiling methanol

Première édition — 1979-10-15

CDU 678.675. : 678.01

Réf. n° : ISO 599-1979 (F)

Descripteurs : matière plastique, polyamide, analyse chimique, dosage, produit en solution, méthode par extraction, méthanol.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 599 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en avril 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Belgique	Inde	Royaume-Uni
Bulgarie	Iran	Suède
Canada	Israël	Suisse
Corée, Rép. de	Italie	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	Turquie
Espagne	Mexique	URSS
Finlande	Nouvelle-Zélande	USA
France	Pays-Bas	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne, R. F.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 599-1967, dont elle constitue une révision technique.

Plastiques — Polyamides — Détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des matières extractibles par le méthanol bouillant dans les polyamides.

Les polyamides peuvent contenir des monomères et des oligomères ou, éventuellement, des adjuvants. Par suite, si l'on veut connaître la teneur en monomère et en oligomère, une correction est à appliquer pour tenir compte, le cas échéant, de la quantité d'adjuvants extraits simultanément au cours de l'opération. Du fait que ces adjuvants peuvent être de nature très variée, aucune instruction générale ne peut être donnée en ce qui concerne leur détermination.

La connaissance de la teneur des polyamides en matières extractibles par le méthanol peut être nécessaire pour la détermination de l'indice de viscosité des polyamides (voir ISO 307).

2 Références

ISO 307, *Matières plastiques — Détermination de l'indice de viscosité des résines polyamides en solution diluée.*

ISO 565, *Tamis de contrôle — Toiles métalliques et tôles perforées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO/R 1874, *Matières plastiques — Spécifications pour les homopolyamides.*

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai d'un polyamide broyé, par le méthanol à sa température d'ébullition. Évaporation soigneuse du solvant. Séchage du résidu à température modérée, et pesée.

4 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable :

matières extractibles par le méthanol : Substances extraites d'un échantillon de polyamide par le méthanol bouillant, dans les conditions spécifiées.

5 Appareillage et produits

5.1 Broyeur, permettant de réduire l'échantillon à la finesse nécessaire.

Il est recommandé d'utiliser un broyeur dans lequel l'échantillon est coupé entre des lames tournantes et des lames fixes. Les grosses pièces peuvent être coupées aux ciseaux avant d'être introduites dans le broyeur.

5.2 Tamis, d'ouverture de maille 710 μm et 500 μm respectivement, conformes aux spécifications de l'ISO 565.

5.3 Balance, précise à 0,000 1 g.

5.4 Appareil à extraction, comportant un creuset à extraction ou une cartouche en céramique poreuse pour contenir la prise d'essai.

L'appareil doit être conçu de façon que le creuset (ou la cartouche) soit chauffé(e) par les vapeurs ascendantes de méthanol.

Des exemples d'appareils à extraction appropriés sont donnés ci-après :

- a) — fiole à extraction, de 250 ml de capacité;
 - chambre à extraction, pouvant recevoir le creuset à extraction de façon qu'il soit entouré de tous côtés par les vapeurs ascendantes de méthanol et que ce dernier retombe en permanence à l'intérieur, après condensation;
 - triangle en verre, pour supporter le creuset;
 - réfrigérant à reflux;
 - creuset filtrant, à plaque en verre fritté de la série P 100 (dimension des pores comprise entre 40 et 100 μm), et de 30 ml de capacité;
 - plaque filtrante en porcelaine, de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset, percée de trous de 0,4 mm de diamètre;

- b) — fiole à extraction, de 250 ml de capacité;
 - extracteur de Soxhlet, à double enveloppe;
 - réfrigérant à reflux;
 - creuset filtrant, à plaque en verre fritté de la série P 100 (dimension des pores comprise entre 40 et 100 μm), et de 30 ml de capacité, ou cartouche en céramique de mêmes porosité et capacité; leurs dimensions doivent être telles que le creuset ou la cartouche puisse être monté(e) convenablement dans l'extracteur de Soxhlet;
 - plaque filtrante en porcelaine, de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset ou de la cartouche, percée de trous de 0,4 mm de diamètre.

5.5 Dispositif de chauffage approprié, pour l'appareil à extraction.

5.6 Appareil à distillation, muni d'une colonne de Vigreux ou d'une colonne à distiller équivalente d'au moins 400 mm de longueur, ou

5.7 Évaporateur rotatif, relié à un dispositif d'aspiration.

5.8 Bain d'eau.

5.9 Enceinte de séchage sous pression réduite, équipée d'un dispositif d'aspiration ou tout autre installation permettant d'obtenir une pression comprise entre 1 et 2,5 kPa*.

5.10 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant tel que le chlorure de calcium, l'oxyde de phosphore(V) ou le gel de silice.

5.11 Méthanol, de qualité analytique reconnue.

5.12 Dioxyde de carbone solide, si nécessaire.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever un échantillon représentatif du polymère, et le broyer dans le broyeur (5.1). Pour éviter un échauffement excessif au-dessus de 40 °C environ, broyer la matière par petites quantités à la fois et en laissant le broyeur refroidir entre deux opérations. Du dioxyde de carbone solide (5.12) peut être broyé simultanément avec le polymère pour éviter l'échauffement. Avec un plus gros broyeur, ayant une capacité calorifique plus élevée, ces précautions peuvent ne pas être nécessaires. Recueillir la fraction qui passe au tamis (5.2) de 710 μm d'ouverture de maille, mais qui est retenue sur le tamis de 500 μm d'ouverture de maille.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, $5 \pm 0,5$ g (masse m_0) de l'échantillon pour essai dans le creuset filtrant ou la cartouche poreuse (voir 5.4).

NOTES

1 Si la teneur en matières extractibles par le méthanol est présumée inférieure à 0,5 % (m/m), la masse de la prise d'essai (7.1) doit être augmentée de façon à obtenir un extrait d'au moins 0,025 g.

2 Les polyamides peuvent contenir une petite quantité d'eau, qui est alors comptée dans la masse de la prise d'essai (m_0). Il n'est pas tenu compte de la teneur en eau dans le calcul de la teneur en matières extractibles par le méthanol puisque son influence est faible vis-à-vis de la variance de la détermination.

7.2 Détermination

Nettoyer et sécher la fiole à extraction (voir 5.4), la laisser refroidir dans le dessiccateur (5.10) durant 30 à 40 min, puis la peser à 0,000 2 g près (masse m_1).

Recouvrir la prise d'essai (7.1) avec la plaque filtrante, verser environ 50 ml du méthanol (5.11) dans la fiole à extraction, placer le creuset ou la cartouche contenant la prise d'essai dans la chambre à extraction et adapter le réfrigérant. Chauffer le méthanol contenu dans la fiole jusqu'à l'ébullition. Si l'appareil décrit en 5.4 a) est utilisé, régler le reflux de façon qu'il coule 1 ou 2 gouttes par seconde et s'assurer que les gouttes tombent bien dans le creuset. Si un extracteur de Soxhlet, tel que celui décrit en 5.4 b), est utilisé, régler le chauffage de façon qu'il se produise cinq à huit siphonnages à l'heure.

Poursuivre l'extraction durant $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$, et laisser l'extracteur refroidir à la température ambiante, durant toute une nuit si nécessaire.

Retirer la fiole à extraction et son contenu, et poursuivre l'essai de l'une des façons suivantes (voir note 1) :

- En utilisant l'appareil à distillation (5.6) :

Évaporer soigneusement le méthanol sur le bain d'eau (5.8) jusqu'à ce qu'il reste environ 20 ml. Placer la fiole dans l'enceinte de séchage sous pression réduite (5.9) et évaporer soigneusement le méthanol résiduel sous pression réduite, à la température ambiante.

- En utilisant l'évaporateur rotatif (5.7) :

Relier la fiole à l'évaporateur rotatif. Évaporer le méthanol sous pression réduite (voir note 2), à une température comprise entre 25 et 35 °C.

* 1 kPa = 7,5 mmHg = 1 kN/m²

Enfin, dans les deux cas, nettoyer et sécher la partie extérieure de la fiole; la placer dans l'enceinte de séchage sous pression réduite maintenue à 40 ± 2 °C, et l'y laisser séjourner durant 4 h. Laisser refroidir la fiole dans le dessiccateur durant 30 à 40 min et la peser à 0,000 2 g près. Répéter la pesée après un nouveau séchage à 40 ± 2 °C durant 2 h. Si la différence entre les résultats des deux pesées est supérieure à 2 % de la masse de l'extrait, poursuivre le séchage jusqu'à ce que cette différence devienne inférieure à 2 % de la masse de l'extrait.

Effectuer deux déterminations.

NOTES

1 Lorsque la teneur en matières extractibles par le méthanol est élevée, la durée de séchage peut être prolongée si l'on n'utilise pas un évaporateur rotatif.

2 Si l'on utilise un évaporateur rotatif, il se peut que l'extrait se mette à mousser. Du fait que ce phénomène peut conduire à une perte d'une petite quantité d'extrait, la détermination doit être répétée s'il se produit de la mousse.

8 Expression des résultats

La teneur en matières extractibles par le méthanol, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de la fiole;

m_2 est la masse, en grammes, de la fiole et de l'extrait séché.

Si les valeurs obtenues à l'issue des deux déterminations diffèrent de plus de 0,30 % en valeur absolue, refaire une autre détermination en double. Prendre comme résultat la moyenne de deux déterminations acceptables et l'exprimer à 0,05 % (m/m) près.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les informations suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète de la matière essayée, y compris le type, l'origine, les numéros de référence du fabricant, le nom commercial, etc.;
- c) résultat de la détermination;
- d) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 599:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2568ef3-8d6d-433e-9c1a-232f47de1505/iso-599-1979>