
NORME INTERNATIONALE 1158

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

Plastiques – Homopolymères et copolymères de chlorure de vinyle – Détermination de la teneur en chlore

Plastics – Vinyl chloride homopolymers and copolymers – Determination of chlorine

Première édition – 1978-09-01

CDU 678.743-13 : 543.848

Réf. n° : ISO 1158-1978 (F)

Descripteurs : plastique, homopolymère, copolymère, chlorure de vinyle, analyse chimique, dosage, chlore, méthode par combustion.

Prix basé sur 4 pages

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 1158 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.13.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1158-1970, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne	Finlande	Pays-Bas
Australie	France	Pologne
Autriche	Grèce	Roumanie
Belgique	Hongrie	Royaume-Uni
Brésil	Inde	Suède
Canada	Irlande	Suisse
Chili	Israël	Tchécoslovaquie
Colombie	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	U.R.S.S.
Espagne	Nouvelle-Zélande	U.S.A.

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Plastiques – Homopolymères et copolymères de chlorure de vinyle – Détermination de la teneur en chlore

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de dosage du chlore dans les homopolymères et copolymères de chlorure de vinyle ne contenant ni plastifiants, ni additifs, à savoir :

- méthode A (combustion dans une bombe);
- méthode B (combustion dans un ballon).

2 PRINCIPE

Oxydation de la prise d'essai par le peroxyde de sodium (méthode A) ou par l'oxygène gazeux (méthode B) et dosage des chlorures résultants par titrage électrométrique ou volumétrique.

3 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. L'eau doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins équivalente.

3.1 Nitrate d'argent, solution titrée 0,1 N.

3.2 Acide nitrique, solution 2 N.

Pour la méthode A seulement :

3.3 Acide nitrique, concentré.

3.4 Peroxyde de sodium, sous forme de granulés.

3.5 Amidon ou sucre, en tant qu'auxiliaires de combustion.

Pour la méthode B seulement :

3.6 Oxygène gazeux.

3.7 Nitrate de sodium.

3.8 Hydroxyde de potassium, solution à 100 g/l.

3.9 Peroxyde d'hydrogène, solution à 300 g/l.

4 APPAREILLAGE

4.1 Étuve à dessiccation, pouvant être maintenue à une température de 50 ± 2 °C ou 75 ± 2 °C.

4.2 Balance, précise à 0,000 1 g.

4.3 Matériel pour titrage Volhard ou pour titrage électrométrique, comprenant une burette d'une capacité et d'une justesse appropriées à la méthode choisie (A ou B).

Pour la méthode A seulement :

4.4 Bombe à combustion (par exemple : bombe de Parr ou toute autre bombe donnant les mêmes résultats) à allumage à gaz ou électrique. La figure 1 représente une bombe appropriée à allumage à gaz.

4.5 Creuset en nickel avec couvercle (pour la bombe à allumage à gaz), à placer dans la bombe. Dimensions appropriées : diamètre 25 mm, hauteur 40 mm.

4.6 Enceinte de sécurité.

4.7 Bêcher, de capacité 600 ml.

Pour la méthode B seulement :

4.8 Ballon à fond rond, de capacité 500 ml, avec bouchon adapté à la combustion par l'oxygène (voir figure 2). Un fil de platine de 1,0 mm de diamètre et de 120 mm de long, en forme de spirale conique de 15 mm de diamètre et de 15 mm de long, est fixé au bouchon. Par mesure de sécurité, il est recommandé d'envelopper le ballon avec une toile métallique.

4.9 Papier filtre, d'environ 3 cm × 3,5 cm, exempt d'halogènes et de cendres.

4.10 Bêcher, de capacité 100 ml.

5 ÉCHANTILLON POUR ESSAI

L'échantillon doit être sous forme de poudre ou de granulés, et si nécessaire, il doit être coupé en morceaux de 1 à 3 mm.

L'échantillon doit être séché à l'étuve pendant 2 h à 75 °C ou pendant 16 h à 50 °C.

Dimensions approximatives en millimètres

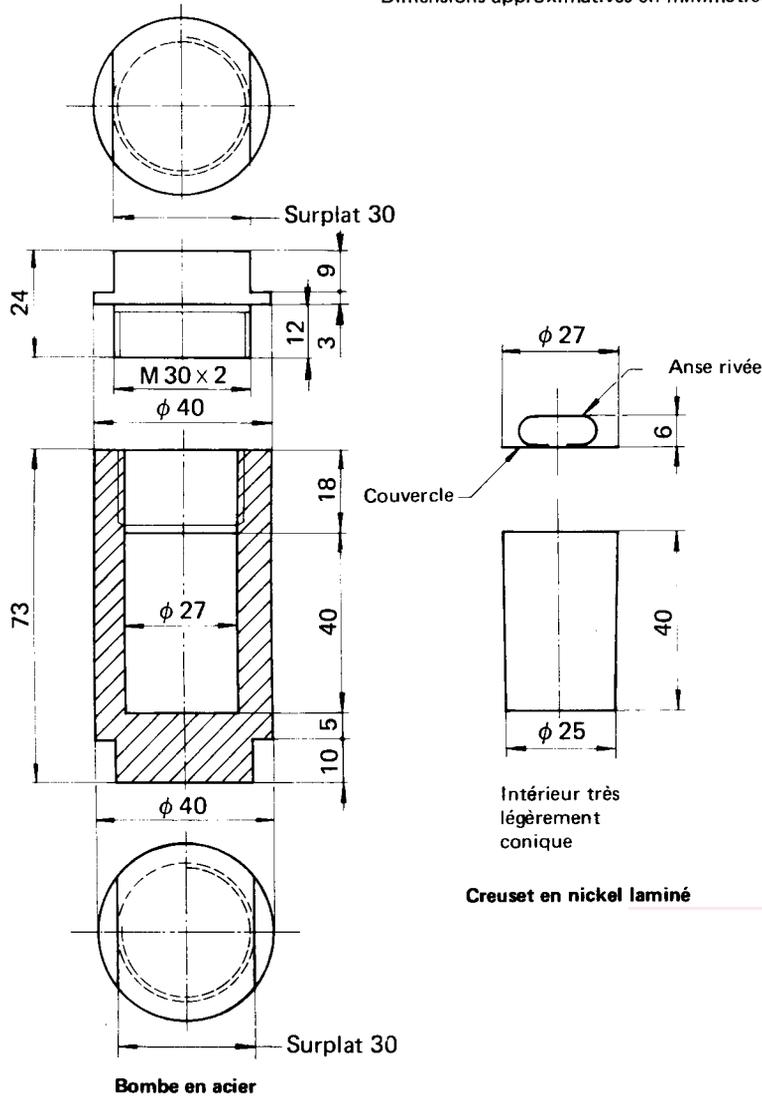


FIGURE 1 — Bombe à combustion à allumage à gaz (pour la méthode A)

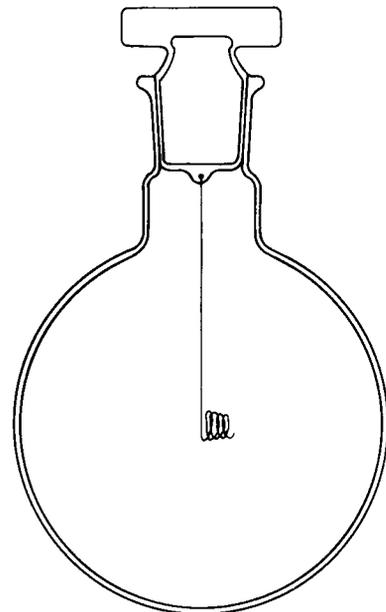


FIGURE 2 — Ballon pour la combustion par l'oxygène, avec fil de platine fixé au bouchon (pour la méthode B)

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Méthode A (méthode de la bombe à combustion)

6.1.1 Placer d'abord 7 à 7,5 g de peroxyde de sodium (3.4) dans le creuset en nickel (4.5) de la bombe à allumage à gaz ou dans le godet à fusion de la bombe à allumage électrique, puis une prise d'essai d'environ 0,25 g (pesée à 0,000 5 g près), mélangée avec 0,16 à 0,17 g d'amidon ou de sucre, puis 7 à 7,5 g supplémentaires de peroxyde de sodium. Le chargement de peroxyde de sodium doit être effectué derrière un écran protégeant l'opérateur. Mélanger le tout en agitant. Placer ensuite le creuset muni de son couvercle, à l'intérieur de la bombe à allumage à gaz et fermer celle-ci hermétiquement. Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, assembler la bombe et la frapper légèrement pour tasser la charge.

6.1.2 Allumer la bombe.

NOTE — Lorsqu'une bombe à allumage à gaz est utilisée, placer celle-ci dans une enceinte de sécurité. Ajuster au préalable la flamme en utilisant une bombe vide dans l'enceinte de sécurité, de façon que la pointe de la flamme se trouve à quelques millimètres de la base de la bombe. Enlever alors la bombe vide. Chauffer la bombe d'essai à une température comprise entre 300 et 400 °C pendant environ 10 min. L'inflammation commence généralement entre 50 et 60 °C et se manifeste par un craquement et par le fait que le fond de la bombe commence à rougir.

6.1.3 Refroidir la bombe. L'ouvrir et, si l'on utilise une bombe à allumage à gaz, retirer le creuset, le placer soigneusement dans un bécher de 600 ml contenant 100 ml d'eau distillée et couvrir immédiatement le bécher d'un verre de montre. Quand la réaction s'est calmée, laver l'intérieur de la bombe et le bouchon et recueillir l'eau de lavage dans le bécher.

Si l'on utilise une bombe à allumage électrique, la démonter après refroidissement, enlever le couvercle et l'introduire dans un bécher de 600 ml contenant 100 ml d'eau distillée. Mettre le godet à fusion dans le même bécher et couvrir immédiatement ce dernier avec un verre de montre.

NOTE — Au cas où la bombe est refroidie dans l'eau, prendre soin que l'eau n'atteigne pas le joint entre le bouchon et la bombe.

6.1.4 Porter le contenu du bécher à ébullition, puis le refroidir. Rincer le creuset et son couvercle ou le godet à fusion et son couvercle avec de l'eau distillée, puis les retirer du bécher.

6.1.5 Ajouter lentement 20 ml d'acide nitrique concentré (3.3) en agitant continuellement, puis la solution d'acide nitrique 2 N (3.2) jusqu'à ce que le mélange soit neutre. Ajouter ensuite 2 ml de la solution d'acide nitrique 2 N (3.2).

NOTE — Le méthylorange convient comme indicateur pour la neutralisation.

6.1.6 Diluer le contenu du bécher jusqu'à environ 200 ml à l'aide d'eau distillée, et titrer électrométriquement ou par la méthode de Volhard, avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

6.1.7 Effectuer un essai à blanc en brûlant les mêmes quantités de peroxyde de sodium (3.4) et de sucre ou d'amidon (3.5) que celles utilisées avec la prise d'essai, et reprendre le mode opératoire (mais sans prise d'essai) comme indiqué en 6.1.4 à 6.1.6 inclus.

6.1.8 En cas de doute si la réaction a eu lieu ou non, *ne pas* dissoudre dans l'eau le contenu de la bombe selon la méthode normale, car l'on risquerait une explosion violente. Répandre le contenu de la bombe sur du sable sec, l'asperger d'eau à une distance offrant toute sécurité, puis, le laver avec de l'eau.

6.2 Méthode B (méthode du ballon à oxygène)

6.2.1 Peser une prise d'essai de 25 à 35 mg à 0,000 1 g près et la placer sur un papier filtre découpé comme indiqué en a) sur la figure 3 après avoir, au préalable, marqué les plis. Plier alors le papier comme indiqué en b), c) et d) sur la figure 3 et l'enfiler dans la spirale de platine (voir figure 2), en laissant dépasser la pointe du papier.

6.2.2 Verser dans le ballon (4.8) environ 10 ml d'eau distillée, 1 ml de solution d'hydroxyde de potassium (3.8) et 0,15 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.9). Envoyer un courant d'oxygène à travers un tube de verre à raison de 250 à 350 ml/min pendant 5 min pour chasser l'air.

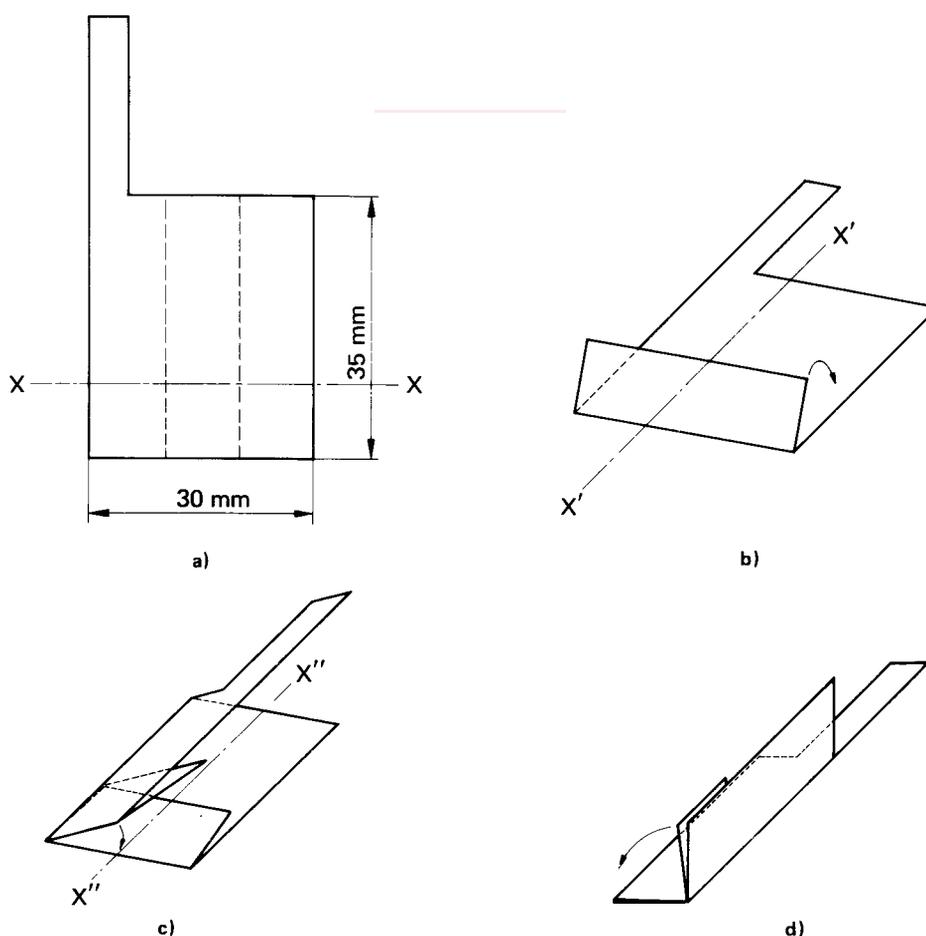


FIGURE 3 — Pliage du papier filtre contenant la prise d'essai

6.2.3 Allumer la pointe du papier filtre à la flamme d'un brûleur à gaz, puis placer rapidement dans le ballon le bouchon porteur du fil de platine et du papier filtre enflammé.

6.2.4 Pendant la combustion, tenir le ballon à l'envers, de façon que le liquide couvre la partie inférieure du bouchon, ce qui permet d'éviter toute fuite de gaz due à un manque d'étanchéité du bouchon. Une fois la combustion terminée, remettre le ballon à l'endroit et l'agiter doucement sous un courant d'eau froide, afin d'assurer une absorption rapide et complète de l'acide chlorhydrique produit.

6.2.5 Après 30 min, ouvrir le ballon et transférer quantitativement son contenu dans un bécher de 100 ml en rinçant de façon que le volume final soit d'environ 30 ml. Ajouter environ 1 g de nitrate de sodium (3.7) et 2,5 ml de la solution d'acide nitrique 2 N (3.2), puis porter à l'ébullition la solution durant 5 min. Après refroidissement, déterminer la teneur en chlore par titrage électromagnétique ou selon la méthode de Volhard avec la solution de nitrate d'argent (3.1).

6.2.6 Effectuer en suivant le même mode opératoire, tel que décrit en 6.2.1 à 6.2.4, un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La teneur en chlore dans la matière sèche, en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$3,55 \times \frac{0,1 (V_1 - V_2)}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent 0,1 N, utilisé pour la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent 0,1 N, utilisé pour l'essai à blanc;

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

7.2 Exprimer le résultat par la moyenne arithmétique de deux déterminations qui ne diffèrent pas de plus de $\pm 0,2$ %.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit faire référence à la présente Norme internationale et mentionner les indications suivantes :

- a) l'identification complète de l'échantillon;
- b) le mode opératoire suivi (A ou B);
- c) le pourcentage de chlore dans l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1158:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fdb51c4-63e9-4f78-8781-d3bd35cda924/iso-1158-1978>