

---

---

**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 3451-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/365b4d94-6761-4bbf-8737-97f73303d78a/iso-3451-1-2019>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3451-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/365b4d94-6761-4bbf-8737-97f73303d78a/iso-3451-1-2019>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

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

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/365b4d94-6761-4bbf-8737-97f73303d78a/iso-3451-1-2019>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 3451-1:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique par l'ajout d'une méthode avec un instrument automatique (méthode D).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 3451 est disponible sur le site web de l'ISO.

# Plastiques — Détermination du taux de cendres —

## Partie 1: Méthodes générales

**PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ** — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité éventuels qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées.

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes générales et les conditions d'essai appropriées correspondantes qui permettent de déterminer le taux de cendres d'une gamme de plastiques. Les conditions particulières choisies peuvent figurer dans les spécifications relatives au matériau plastique considéré.

Les conditions particulières applicables aux matières poly(téréphtalates d'alkylène), à l'acétate de cellulose non plastifié, aux polyamides et au poly(chlorures de vinyle), y compris certaines matières contenant des charges spécifiques, renforcées de fibres de verre et ignifugées, 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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 4 Principe

Quatre méthodes principales permettent de déterminer le taux de cendres d'un matériau organique (méthodes A, B, C et D).

- 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, et qui peut être effectuée de deux façons différentes:
  - combustion, par exemple avec un bec Bunsen et une ou plusieurs étapes de calcination dans un four à moufle (méthode A);

- combustion et calcination en une étape dans un four à moufle (méthode A — incinération rapide), s'il peut être démontré que l'incinération rapide conduit aux mêmes résultats que la méthode A.
- b) La calcination après sulfatation, qui peut être effectuée de deux façons différentes:
- avec un traitement à l'acide sulfurique après combustion, c'est-à-dire en brûlant la matière organique et en transformant le résidu inorganique 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 utilisée pour obtenir des «cendres sulfatées» (méthode B);
  - 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 aux polymères fluorés.
- c) La méthode avec un instrument automatique (méthode D).

Dans chaque cas, l'étape finale du mode opératoire est une calcination à une température prédéfinie (voir 7.2).

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

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 5 Réactifs (uniquement pour les méthodes B et C)

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**, concentré à 98 %,  $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$ .

**AVERTISSEMENT — Produit très corrosif. Manipuler sous hotte à fumées, en protégeant la peau et les yeux. 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

Il est possible que l'utilisation de certains des appareils énumérés ci-dessous ne soit pas nécessaire pour certaines méthodes.

6.1 **Creuset**, en silice, porcelaine, céramique, fibres, quartz, verre ou platine, inerte vis-à-vis du matériau soumis à l'essai et adapté aux températures utilisées. 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**, avec chauffage par résistance électrique ou par micro-ondes, pouvant être maintenu à une température de  $(600 \pm 25) ^\circ\text{C}$ , de  $(750 \pm 50) ^\circ\text{C}$ , de  $(850 \pm 50) ^\circ\text{C}$  ou de  $(950 \pm 50) ^\circ\text{C}$ , selon le cas.

**6.4 Balance analytique**, avec une résolution de 0,1 mg.

**6.5** Pour les **instruments automatiques**, les exigences suivantes s'appliquent:

- instrument d'analyse entièrement automatique avec étuve de séchage, four à moufle, balance analytique et plateau tournant pour échantillons intégrés;
- la perte de masse pendant le processus de séchage et d'incinération est contrôlée en continu pendant le processus d'incinération;
- la balance analytique intégrée peut peser les échantillons l'un après l'autre, le résultat étant enregistré au moyen d'un logiciel;
- l'instrument doit intégrer un moyen permettant de corriger la différence de masse causée par la flottabilité; ceci permet de réaliser la pesée à différentes températures sans avoir à refroidir les échantillons pendant l'essai;
- utilisation d'un four fonctionnant à la température spécifiée, pouvant être maintenu à une température de  $(600 \pm 25) ^\circ\text{C}$ , de  $(750 \pm 50) ^\circ\text{C}$ , de  $(850 \pm 50) ^\circ\text{C}$  ou de  $(950 \pm 50) ^\circ\text{C}$ , selon le cas;
- utilisation d'un support pouvant recevoir un ou plusieurs creusets, par exemple un plateau tournant, ou d'un dispositif automatique permettant d'introduire les creusets les uns à la suite des autres dans le four et de les en sortir;
- plages de température et de masse des échantillons conformes aux exigences expérimentales;
- dispositif d'enregistrement permettant d'enregistrer automatiquement la masse de l'échantillon en fonction de la température et du temps;
- mesurage des signaux de température avec une exactitude d'au moins  $\pm 2 \%$ ;
- mesurage de la masse avec une exactitude d'au moins  $\pm 0,1 \text{ mg}$ .

NOTE L'équipement utilisé pour déterminer automatiquement le taux de cendres conformément aux spécifications indiquées dans le présent document est disponible auprès de plusieurs fabricants.

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

**6.7 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.

**6.8 Vase à peser**.

**6.9 Hotte à fumées** ou tout autre moyen de ventilation approprié.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Prélever une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour produire de 5 mg à 500 mg de cendres (voir le [Tableau 1](#)). Dans le cas de matériaux renforcés, prélever une prise d'essai conformément au [Tableau 1](#). 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](#), la masse de la prise d'essai pouvant avoir un effet direct sur le résultat.

**Tableau 1 — Masse de la prise d'essai**

Taux approximatif de cendres %	Prise d'essai g	Masse de cendres obtenue mg
≤ 0,01	≥ 200	env. 5 à 10
> 0,01 et ≤ 0,05	100	10 à 50
> 0,05 et ≤ 0,1	50	25 à 50
> 0,1 et ≤ 0,2	25	25 à 50
> 0,2 et ≤ 1	10	20 à 100
> 1 et ≤ 10	5	50 à 500
> 10 et ≤ 25	2	200 à 500
> 25	1	> 250

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

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.

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, C ou D), choisir l'une des plages de températures suivantes pour l'étape finale (calcination), à moins que d'autres températures ne soient requises pour des raisons d'ordre technique ou commercial:

- (600 ± 25) °C;
- (750 ± 50) °C;
- (850 ± 50) °C; ou
- (950 ± 50) °C.

Utiliser une hotte à fumées ou tout autre moyen de ventilation approprié pour le mode opératoire d'incinération, sauf spécification contraire en raison du four utilisé (par exemple, pour les fours avec un système d'évacuation intégré qui ne doivent pas être utilisés sous une hotte à fumées).

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.

NOTE La fidélité et la reproductibilité du mode opératoire d'incinération dépendent de la température à laquelle le processus de combustion et/ou de calcination dans le four (chauffage par résistance ohmique ou par micro-ondes) est réalisé.

La ventilation efficace du four est tout aussi importante, en particulier si le four est utilisé pour la combustion et la calcination (méthode d'incinération rapide).

Pour garantir une qualité constante du mode opératoire d'incinération, le laboratoire doit vérifier le fonctionnement du four à intervalles réguliers. Cette vérification doit inclure:

- l'étalonnage de la température du four en se référant à une norme nationale appropriée, selon un mode opératoire d'étalonnage validé;
- la vérification de l'efficacité de la ventilation du four.

Pour garantir la fidélité et la reproductibilité des résultats, il est important que la température dans le four soit fidèle et constante, en particulier pour les plastiques qui contiennent des charges qui se décomposent à des températures élevées, comme le carbonate de calcium.

### 7.3 Méthode A – Calcination directe

7.3.1 Les creusets (6.1) doivent être préparés en les portant à la température d'essai dans le four (6.3) ou par toute autre méthode appropriée jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Laisser refroidir, de préférence dans un dessiccateur. Les creusets peuvent être stockés jusqu'au moment de leur utilisation, à condition qu'ils soient maintenus propres et secs. Le stockage dans un dessiccateur ou une armoire chauffante à une température minimale de 70 °C, par exemple, est une méthode appropriée. Laisser refroidir à la température ambiante et peser sur la balance analytique (6.4) à 0,1 mg près.

7.3.2 Introduire dans le vase à peser taré (6.8) une prise d'essai (pré-séchée selon la description donnée dans la spécification du matériau correspondante) ayant une masse conforme au Tableau 1. La 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 spécifiée 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 la taille appropriée.

7.3.3 Introduire suffisamment de prise d'essai dans le creuset pour le remplir au maximum à moitié. Chauffer le creuset dans le four à moufle ou directement sur le brûleur ou sur tout autre dispositif de chauffage approprié (6.2). Si le four (6.3) est équipé d'un système d'évacuation adéquat, le four peut être utilisé comme dispositif de chauffage pour assurer une combustion lente jusqu'à élimination des matières volatiles. Répéter l'opération jusqu'à ce que toute la prise d'essai soit bien carbonisée.

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, 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.

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.