
NORME INTERNATIONALE 2561

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

Matières plastiques — Détermination du styrène monomère résiduel dans le polystyrène par chromatographie en phase gazeuse

Plastics — Determination of residual styrene monomer in polystyrene by gas chromatography

Première édition — 1974-08-01

standards.iteh.ai

[ISO 2561:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fed4470-2847-4b62-b730-9aec9310e8a7/iso-2561-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fed4470-2847-4b62-b730-9aec9310e8a7/iso-2561-1974>

CDU 678.746 : 547.538.141 : 543.544

Réf. N° : ISO 2561-1974 (F)

Descripteurs : matière plastique, polystyrène, analyse chimique, dosage, styrène, méthode chromatographique en phase gazeuse.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2561 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, et soumise aux Comités Membres en janvier 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie 974
Allemagne	Irlande	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Canada	Japon	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Espagne	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	U.R.S.S.
Hongrie	Portugal	U.S.A.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Matières plastiques — Détermination du styrène monomère résiduel dans le polystyrène par chromatographie en phase gazeuse

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination du styrène monomère résiduel dans le polystyrène par chromatographie en phase gazeuse; mais cette méthode peut également être utilisée pour déterminer simultanément d'autres hydrocarbures aromatiques volatils du polystyrène. Elle est applicable à la fois aux homopolymères de styrène et aux polystyrènes modifiés par le butadiène.

2 PRINCIPE

Dissolution de l'échantillon de polymère dans du chloroforme ou du dichlorométhane. Précipitation du polymère par addition de méthanol, et injection d'un petit volume de la solution restante dans un chromatographe à phase gazeuse, pour obtenir la séparation du styrène ou des autres hydrocarbures aromatiques volatils. Le solvant contient une quantité connue de *n*-butylbenzène comme étalon interne pour l'évaluation quantitative.

3 RÉACTIFS

3.1 Chloroforme ou **dichlorométhane**, de pureté analytique. Une faible quantité d'éthanol, qui peut être contenue dans le chloroforme pour sa stabilisation, n'affecte pas l'essai.

3.2 Méthanol, de pureté analytique.

3.3 *n*-butylbenzène, d'une pureté suffisante pour un usage analytique.

3.4 Styrène et (si nécessaire) d'autres hydrocarbures aromatiques tels qu'éthylbenzène, cumène ou alpha-méthylstyrène de pureté suffisante pour l'étalonnage. Le styrène doit être fraîchement distillé et conservé à 0 °C jusqu'au moment de son utilisation. Lorsqu'il est mélangé à un volume égal de méthanol, le styrène doit donner une solution claire.

3.5 Polyéthylène glycol, de masse moléculaire 15 000 à 20 000. (Le carbowax, 15 à 20 M, s'est avéré satisfaisant.)

3.6 Terre de diatomées, de dimensions de particules de 210 à 250 µm. (La célite, de qualité «lavée à l'acide», a donné satisfaction.)

3.7 Hélium, hydrogène, et air, comme vecteur et gaz combustibles pour la chromatographie en phase gazeuse. Pour l'emploi d'un détecteur à ionisation de flamme, on peut remplacer l'hélium par de l'azote comme gaz vecteur.

NOTE — Des modifications dans la nature du gaz vecteur ne sont permises que s'il a été montré que ces changements n'apportent aucune variation dans les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW

4 APPAREILLAGE

Équipement usuel de laboratoire, et

4.1 Chromatographe à phase gazeuse, avec une entrée pour l'injection des prises d'essais liquides, un détecteur à ionisation de flamme et un enregistreur. D'autres types de détecteurs à ionisation peuvent être utilisés et, dans des cas exceptionnels, un détecteur à conductivité thermique. Ce dernier conduit, toutefois, à une plus faible sensibilité.

4.2 Microseringue, 1 à 50 µl.

4.3 Balance analytique.

5 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons peuvent être prélevés dans le matériau sous forme de poudre, de granulés ou de produits moulés. Les gros morceaux doivent être réduits en fragments suffisamment petits pour permettre de peser une prise d'essai aussi voisine que possible de 1,5 g.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Préparation du solvant de l'échantillon

Peser 900 ± 1 mg du *n*-butylbenzène (3.3) dans un flacon de 25 ml, les transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et les diluer jusqu'à 1 000 ml avec du chloroforme ou du dichlorométhane (3.1). Au cours de la dilution, maintenir le liquide à une température de $20 \pm 0,5$ °C.

6.2 Préparation de la solution échantillon

Peser 1,5 g de l'échantillon de polymère à 1 mg près, et transférer dans un flacon conique de 100 ml, de préférence fermé par une capsule vissée. Ajouter, à l'aide d'une pipette, exactement 10 ml du solvant préparé selon 6.1 et conservé à $20 \pm 0,5$ °C. Fermer le flacon et laisser se dissoudre le polymère, en agitant si nécessaire. Après dissolution complète, ajouter, à l'aide d'une seringue ou d'une pipette, exactement 5 ml de méthanol (3.2) conservé à $20 \pm 0,5$ °C. Après avoir agité vigoureusement, laisser le précipité se déposer. Prélever, dans le liquide surnageant, avec une seringue (4.2), la quantité nécessaire pour l'injection dans le chromatographe.

6.3 Préparation des solutions étalons

Préparer les solutions pour étalonnage, en pesant $600 \pm 0,5$ mg de *n*-butylbenzène avec une quantité appropriée de styrène ou (si nécessaire) d'un autre hydrocarbure à déterminer, et en diluant dans une fiole jaugée de 1 000 ml avec un mélange de chloroforme (ou de dichlorométhane) et de méthanol dans un rapport volumétrique de 2/1. Les quantités convenables d'hydrocarbures sont les suivantes :

- 100, 200, 500, 800 et/ou 1 000 mg de styrène;
- 10, 20, 50, 80 et/ou 100 mg d'autres hydrocarbures.

Peser tous les hydrocarbures à 0,5 mg près. La température des liquides doit être $20 \pm 0,5$ °C. Une solution d'étalonnage séparée ou une série de solutions étalons doivent être préparées pour chaque hydrocarbure particulier à déterminer. Conserver les solutions pour injection dans le chromatographe à phase gazeuse.

6.4 Mode opératoire pour la chromatographie en phase gazeuse

6.4.1 Conditions opératoires de la chromatographie en phase gazeuse

Colonne : tube en métal ou en verre; une longueur de 4,5 m (15 ft) et un diamètre intérieur de 4 mm sont recommandés. La colonne est remplie avec une phase stationnaire de terre de diatomées (3.6) enrobée avec 10 % (*m/m*) de polyéthylène glycol (3.5).

NOTE — Les méthodes de revêtement et de chargement ne sont pas spécifiées, mais doivent être choisies afin d'obtenir une efficacité de séparation satisfaisante de la colonne. La colonne doit être vieillie durant 24 h à 150 °C avec un écoulement gazeux. Des modifications dans la matière de remplissage de la colonne, ou dans les dimensions de celle-ci, ne sont admises que s'il a été montré que ces changements n'apportent aucune variation dans les résultats.

Température de la colonne : isotherme de 80 °C.

Température de l'entrée d'injection : 150 °C.

Température de compartiment détecteur : 150 °C.

Gaz vecteur : Hélium (ou azote dans les conditions indiquées en 3.7).

Vitesse d'écoulement du gaz vecteur : 100 cm³/min.

Détecteur à ionisation de flamme dans lequel les vitesses d'écoulement de l'air et de l'hydrogène sont réglées pour donner :

- 1) une sensibilité de réponse élevée;
- 2) une réponse linéaire dans les limites des concentrations mesurées;
- 3) un effet négligeable des petites variations des vitesses d'écoulement sur l'obtention de la réponse ou sur la sensibilité.

Vitesse de l'appareil enregistreur : 0,5 cm/min (0,2 in/min) est recommandé.

6.4.2 Enregistrement du chromatogramme de l'échantillon et des solutions d'étalonnage

Selon la sensibilité du chromatographe à phase gazeuse utilisé, injecter un volume convenable de la solution échantillon (préparée selon 6.2) ou de la solution étalon (préparée selon 6.3). Le volume injecté n'est pas important pour le calcul des résultats, mais doit être identique pour l'échantillon et les solutions étalons correspondantes.

Faire fonctionner le chromatographe à phase gazeuse jusqu'à ce que le *n*-butylbenzène soit complètement élué, ou, si des hydrocarbures ayant une durée de rétention plus longue doivent être déterminés, jusqu'à complète élution de ceux-ci.

6.4.3 Évaluation des pics du chromatogramme

Les temps de rétention du styrène, du *n*-butylbenzène et (si nécessaire) des autres hydrocarbures à déterminer, doivent être connus au moins les uns par rapport aux autres.

NOTE — Dans le tableau suivant sont données les valeurs approximatives des temps de rétention, pour quelques composants que l'on rencontre le plus souvent. Les valeurs exactes varient selon la densité du remplissage de la colonne, l'âge de celle-ci et d'autres paramètres du chromatographe.

Constituants hydrocarbures	Temps de rétention min	Rapports des temps de rétention comparés à ceux du <i>n</i> -butylbenzène
Éthylbenzène	9	0,44
Cumène	10,5	0,51
<i>n</i> -Propylbenzène	12,5	0,61
Styrène	16,5	0,80
<i>n</i> -Butylbenzène (normal)	20,5	1
α -Méthylstyrène	25	1,22

D'autres constituants qui peuvent apparaître en faible quantité sont le benzène, le toluène, les *o*-, *m*- et *p*-xylène, les *o*-, *m*- et *p*-éthyltoluène, le *sec*-butylbenzène.

Déterminer les aires des pics des constituants à analyser et du *n*-butylbenzène par :

- 1) intégration électronique; ou
- 2) estimation au moyen de la formule :
aire (*A*) = hauteur du pic X moitié de la largeur¹⁾; ou
- 3) planimétrie.

N'employer la méthode 2 que pour les pics présentant une base horizontale et ayant une forme aussi proche que possible d'un triangle isocèle, afin de réduire les imprécisions des mesures. Dans la plupart des cas, la méthode 2 n'est applicable qu'aux pics des constituants principaux, par exemple ceux du styrène et du *n*-butylbenzène. Pour des déterminations de routine, il suffit de mesurer et de comparer les hauteurs des pics de l'échantillon et du chromatogramme d'étalonnage. La méthode retenue pour la détermination des aires doit être la même pour les pics de l'échantillon et pour les pics des solutions étalons.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Calcul des résultats à partir d'un graphique d'étalonnage

Si l'on dispose de plusieurs solutions d'étalonnage, avec des concentrations différentes d'un seul hydrocarbure aromatique, tracer un graphique d'étalonnage en portant les rapports des aires des pics A'_a/A'_s , en fonction des concentrations respectives en milligrammes par millilitre. Avec les rapports correspondants déterminés à partir de la solution échantillon A_a/A_s , la concentration de la substance à déterminer dans la solution échantillon, c_a , peut être déduite du graphique d'étalonnage. Calculer le pourcentage en masse d'hydrocarbure aromatique dans l'échantillon de polystyrène, P_a , à partir de c_a , selon la formule suivante :

$$P_a = \frac{1,5 c_a}{m_p}$$

où

A'_a est l'aire du pic de styrène, ou de l'hydrocarbure à déterminer, dans la solution étalon;

A'_s est l'aire du pic de l'étalon interne (*n*-butylbenzène) dans la solution étalon;

A_a est l'aire du pic de styrène, ou de l'hydrocarbure à déterminer, dans la solution échantillon;

A_s est l'aire du pic de l'étalon interne (*n*-butylbenzène) dans la solution échantillon;

c_a est la concentration de styrène, ou de l'hydrocarbure, dans la solution échantillon, exprimée en milligrammes par millilitre;

m_p est la masse de l'échantillon de polymère, exprimée en grammes;

P_a est la teneur en styrène ou en hydrocarbure aromatique volatil dans l'échantillon, exprimée en pour cent (*m/m*).

Si la quantité m_p est exactement de 1,5 g, comme spécifié dans la méthode, la valeur numérique de c_a , prélevée sur le graphique d'étalonnage, est identique à la valeur numérique de P_a .

7.2 Calcul des résultats à partir d'un seul point d'étalonnage

S'il existe une relation linéaire entre les aires des pics et les concentrations respectives de styrène ou des autres hydrocarbures à déterminer, utiliser la formule suivante :

$$P_a = 1,5 \frac{m'_a A'_a/A'_s}{m_p A'_a/A'_s}$$

où

A'_a , A'_s , A_a , A_s , m_p , et P_a ont la même signification qu'en 7.1;

m'_a est la masse du styrène ou de l'hydrocarbure, pesée dans la solution d'étalonnage de 1 000 ml (voir 6.3).

NOTE. Si l'étalon interne est présent dans le polymère, ce qui peut être vu à partir d'un essai à blanc sur la solution échantillon, c'est-à-dire sans étalon interne, la teneur en monomère peut être déterminée par la méthode de l'addition interne.

7.3 Précision de mesurage et sensibilité

La dispersion des résultats de mesurages répétés sur un hydrocarbure aromatique (par exemple le styrène) d'un même échantillon ne doit pas excéder 0,01 unité P_a de part et d'autre de la moyenne arithmétique.

Une limite inférieure de sensibilité de l'ordre de 10 p.p.m. peut être attendue de la méthode.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) type et caractéristiques d'identification du polymère essayé;
- b) différences d'équipement du chromatographe à phase gazeuse, et de mode opératoire par rapport à l'équipement normal à détecteur à ionisation de flamme, et au mode opératoire décrit dans ce document;
- c) teneur en styrène (et en autres hydrocarbures aromatiques s'ils ont été déterminés), exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon de polymère, et arrondie au plus proche 0,01 %.

1) Pour les termes et définitions, voir : «Recommandations préliminaires sur la nomenclature et la présentation des résultats en chromatographie en phase gazeuse» publiées par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée, *Pure and Applied Chemistry*, vol. 1, 1960, pages 177/186.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2561:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fed4470-2847-4b62-b730-9aec9310e8a7/iso-2561-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2561:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fed4470-2847-4b62-b730-9aec9310e8a7/iso-2561-1974>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2561:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4fed4470-2847-4b62-b730-9aec9310e8a7/iso-2561-1974>