
**Plastiques — Polyamides —
Détermination du ϵ -caprolactame
et du ω -lauro lactame par
chromatographie en phase gazeuse**

*Plastics — Polyamides — Determination of ϵ -caprolactam and
 ω -lauro lactam by gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11337:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7666aa29-5e21-4526-ba24-6d02d176b799/iso-11337-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7666aa29-5e21-4526-ba24-6d02d176b799/iso-11337-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11337:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7666aa29-5e21-4526-ba24-6d02d176b799/iso-11337-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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
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 Méthode A: Méthode par extraction	2
4.1 Principe	2
4.2 Réactifs	2
4.3 Appareillage et matériaux	2
4.4 Préparation de l'échantillon pour essai	4
4.5 Mode opératoire	4
4.5.1 Prise d'essai	4
4.5.2 Extraction	4
4.5.3 Préparation de la solution d'étalon interne	4
4.5.4 Préparation de la solution d'échantillon	5
4.5.5 Préparation de la solution d'étalonnage	5
4.5.6 Analyse par chromatographie en phase gazeuse des solutions d'échantillon et d'étalonnage	5
4.5.7 Évaluation des pics chromatographiques	5
4.6 Expression des résultats	5
4.7 Fidélité	6
4.8 Rapport d'essai	6
5 Méthode B: Méthode par dissolution	6
5.1 Principe	6
5.2 Réactifs	7
5.3 Appareillage	7
5.4 Préparation des solutions d'étalon interne	8
5.4.1 Généralités	8
5.4.2 Étalon interne pour le polyamide 6 non extrait	9
5.4.3 Étalon interne pour le polyamide 6 extrait	9
5.4.4 Étalon interne pour le polyamide 12	9
5.4.5 Préparation des solutions d'étalonnage	9
5.4.6 Étalonnage	10
5.5 Mode opératoire	10
5.5.1 Préparation et injection de la solution d'échantillon	10
5.5.2 Évaluation des pics chromatographiques	11
5.5.3 Récupération du solvant	11
5.6 Expression des résultats	11
5.7 Fidélité	12
5.8 Rapport d'essai	12

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).

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).

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.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11337:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- l'isopropanol a été ajouté comme étalon interne approprié pour la méthode A;
- l'utilisation de colonnes remplies et de colonnes capillaires a été spécifiquement indiquée;
- la spécification des détecteurs appropriés a été ouverte.

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.

Plastiques — Polyamides — Détermination du ϵ -caprolactame et du ω -lauro lactame par chromatographie en phase gazeuse

AVERTISSEMENT 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 déterminer l'applicabilité des limitations réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de dosage du ϵ -caprolactame et du ω -lauro lactame dans les polyamides par chromatographie en phase gazeuse. Il convient particulièrement au dosage du ϵ -caprolactame dans le polyamide 6 et du ω -lauro lactame dans le polyamide 12.

Deux variantes de la méthode de base sont spécifiées.

- Méthode A, par extraction au méthanol en ébullition, où les extraits sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse;
- Méthode B, utilisant un solvant, où la solution est injectée dans un chromatographe en phase gazeuse.

2 Références normatives

[ISO 11337:2023](#)

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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*

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Méthode A: Méthode par extraction

4.1 Principe

Une prise d'essai est extraite au méthanol en ébullition et un petit volume d'extrait est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur adapté pour obtenir la séparation et la détection des constituants volatils. L'extrait contient du 1-dodécanol comme étalon interne.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.2.1 Solvant, tel que le méthanol.

4.2.2 Étalon interne, tel que le 1-dodécanol ou l'isopropanol.

4.2.3 ϵ -Caprolactame.

4.3 Appareillage et matériaux

Appareillage de laboratoire courant, plus ce qui suit:

4.3.1 Broyeur, pour réduire l'échantillon à la granulométrie requise.

Un broyeur dans lequel l'échantillon est broyé à basse température est préférable. Les morceaux de taille importante peuvent être réduits à l'aide d'une paire de ciseaux avant d'être placés dans le broyeur.

4.3.2 Deux tamis, ayant une ouverture de maille de 710 μm et 500 μm respectivement, conformément aux exigences de l'ISO 565.

4.3.3 Appareillage d'extraction, prévu pour recevoir un creuset d'extraction ou une cartouche en céramique poreuse contenant la prise d'essai.

La conception de l'appareillage doit être telle que le creuset ou la cartouche soient chauffés par la vapeur de méthanol montante. Sinon, l'appareillage doit être constitué d'un vase d'extraction muni d'un réfrigérant à reflux de type Soxhlet.

Des exemples d'appareillage d'extraction appropriés construits selon ce principe sont:

EXEMPLE 1

- vase d'extraction de 250 ml;
- chambre d'extraction pour recevoir le creuset d'extraction de sorte qu'il soit enveloppé de tous les côtés par la vapeur de méthanol montante et que le méthanol condensé y coule goutte à goutte en continu;
- triangle de verre pour soutenir le creuset;
- réfrigérant à reflux;
- creuset filtrant en verre fritté, d'ouverture de pore de 40 μm à 50 μm et d'une contenance de 30 ml;
- plaque de filtration en porcelaine de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset, avec des pores de 0,4 mm de diamètre.

EXEMPLE 2

- vase d'extraction de 250 ml;
- extracteur Soxhlet à chemise;

- réfrigérant à reflux;
- creuset filtrant en verre fritté, d'ouverture de pore de 40 µm à 50 µm et d'une contenance de 30 ml, ou cartouche en céramique poreuse de contenance comparable (les dimensions doivent être telles que le creuset ou la cartouche puissent être positionnés de façon satisfaisante dans l'extracteur Soxhlet);
- plaque de filtration en porcelaine de diamètre légèrement inférieur à celui du creuset ou de la cartouche, selon le cas, avec des pores de 0,4 mm de diamètre.

4.3.4 Chauffage, dispositif de chauffage approprié pour l'appareillage d'extraction.

4.3.5 Balance analytique, avec une résolution de $\pm 0,2$ mg.

4.3.6 Azote liquide ou **dioxyde de carbone solide**, si nécessaire.

4.3.7 Chromatographe en phase gazeuse, équipé d'un détecteur adapté.

Les deux types de colonnes, les colonnes remplies et les colonnes capillaires, peuvent être utilisées.

a) Colonne

Les deux colonnes suivantes conviennent:

- une colonne remplie, par exemple une colonne en verre ($\varnothing 3$ mm x 1,6 m), remplie de Chromosorb® W¹⁾ lavé à l'acide, de 0,149 mm à 0,177 mm de diamètre de particules (80 mesh à 100 mesh), enrobé de 10 % (en masse) de poly(éthylène glycol) 20M;
- une colonne capillaire, par exemple une colonne mégabore Carbowax^{TM1)} ($\varnothing 0,53$ mm x 15 m), offrant une efficacité de séparation comparable.

La méthode de remplissage de la colonne n'est pas spécifiée, mais elle doit permettre d'obtenir une efficacité de séparation satisfaisante.

D'autres dimensions de colonne peuvent être utilisées tant qu'elles permettent d'obtenir une efficacité de séparation suffisante.

Une colonne capillaire peut également être utilisée.

Les conditions de fonctionnement suggérées en cas d'utilisation d'une colonne en verre et d'un détecteur FID sont indiquées dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Conditions^a de fonctionnement du chromatographe en phase gazeuse avec colonne remplie et détecteur FID

Élément	Valeur
Température de la colonne	200 °C
Température de l'injecteur	250 °C
Température du détecteur	250 °C
Gaz vecteur	Hélium ou azote
Débit du gaz vecteur	20 ml/min
^a Ces valeurs s'appliquent à la colonne remplie indiquée au 4.3.7 a)	

1) Chromosorb® W et CarbowaxTM sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

D'autres types de colonnes et/ou de détecteurs peuvent nécessiter des températures de fonctionnement différentes et des types et des débits de gaz vecteur et de gaz d'appoint différents.

b) Détecteur

Utiliser un détecteur adapté et choisir une température de fonctionnement et un type et un débit de gaz vecteur et de gaz d'appoint adéquats pour obtenir:

- une sensibilité élevée;
- une réponse linéaire sur toute la plage de concentrations mesurées;
- un effet non significatif des petites fluctuations du débit sur la réponse et la sensibilité.

4.3.8 Microseringues, d'une capacité de 1 µl à 10 µl.

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever un échantillon représentatif du polymère et le broyer dans le broyeur (4.3.1). Broyer le matériau par petites portions pour empêcher tout échauffement excessif (c'est-à-dire pour éviter que la température dépasse 40 °C), en laissant refroidir le broyeur entre deux portions. Du dioxyde de carbone solide ou de l'azote liquide (4.3.6) peuvent être broyés avec le polymère afin d'empêcher l'échauffement. Avec un broyeur de grande dimension, présentant une capacité thermique supérieure, de telles précautions peuvent ne pas être nécessaires. Recueillir la fraction passant au travers du tamis de 710 µm d'ouverture de maille (4.3.2), mais qui est retenue par le tamis de 500 µm d'ouverture de maille.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, (5 ± 0,5) g (masse m_0) de l'échantillon pour essai dans le creuset filtrant ou la cartouche poreuse (4.3.3). Dans le cas d'échantillons à faible concentration, il est préférable d'augmenter la masse de la prise d'essai de sorte qu'elle contienne environ 0,01 g à 0,05 g de ϵ -caprolactame.

Les polyamides peuvent contenir une petite quantité d'eau, comprise dans la masse de la prise d'essai (m_0). Cette eau ne doit pas être prise en compte dans le calcul de la matière extractible au méthanol, car son effet est minime par rapport à la variance du dosage.

4.5.2 Extraction

Couvrir la prise d'essai (voir 4.5.1) avec la plaque de filtration, verser environ 50 ml de méthanol (4.2.1) dans le vase d'extraction, placer le creuset ou la cartouche contenant la prise d'essai dans la chambre d'extraction et monter le réfrigérant sur la chambre. Chauffer le solvant dans le vase jusqu'à ébullition. En cas d'utilisation de l'appareillage décrit en 4.3.3, Exemple 1, régler le taux de reflux à raison de 1 goutte à 2 gouttes par seconde et s'assurer que les gouttes tombent dans le creuset. En cas d'utilisation de l'extracteur Soxhlet décrit en 4.3.3, Exemple 2, régler le chauffage afin d'obtenir cinq à huit siphonnements par heure.

Poursuivre l'extraction pendant 3 h ± 5 min, puis laisser refroidir l'extracteur jusqu'à température ambiante, pendant une nuit si nécessaire.

Retirer le vase d'extraction avec son contenu et procéder à l'analyse par chromatographie en phase gazeuse à l'aide du mode opératoire spécifié de 4.5.3 à 4.5.7.

4.5.3 Préparation de la solution d'étalon interne

Peser, à 0,2 mg près, (2 ± 0,2) g de 1-dodécanol (4.2.2) et transvaser dans une fiole jaugée de 1 l. Dissoudre dans du méthanol et compléter au trait avec le même solvant.

Bien que le 1-dodécanol soit l'étalon interne utilisé de préférence, il est également possible d'utiliser de l'isopropanol.

4.5.4 Préparation de la solution d'échantillon

Transvaser l'extrait obtenu en 4.5.2 dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 10 ml de la solution d'étalon interne préparée en 4.5.3. Rincer le vase d'extraction avec de petites quantités de méthanol, ajouter le produit de rinçage à la fiole jaugée et compléter au trait avec du méthanol.

4.5.5 Préparation de la solution d'étalonnage

Peser, à 0,2 mg près, (0,05 ± 0,005) g de ε-caprolactame (4.2.3) et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'étalon interne préparée en 4.5.3. Dissoudre dans du méthanol et compléter au trait avec le même solvant.

4.5.6 Analyse par chromatographie en phase gazeuse des solutions d'échantillon et d'étalonnage

Injecter un volume approprié, compris entre 1 µl et 10 µl (en fonction de la sensibilité du détecteur utilisé), de la solution d'échantillon préparée en 4.5.4 ou de la solution d'étalonnage préparée en 4.5.5.

En cas d'utilisation d'une colonne capillaire, il est recommandé de limiter le volume injecté à 5 µl afin d'éviter de surcharger la colonne.

Le volume injecté n'est pas critique pour les résultats, mais il doit être identique pour les solutions d'échantillon et d'étalonnage correspondantes. Toujours enregistrer les chromatogrammes d'étalonnage avec le même réglage de sensibilité que celui utilisé pour le chromatogramme d'échantillon correspondant.

Un étalonnage multipoints est recommandé. À cette fin, préparer une série de trois solutions d'étalonnage avec des concentrations croissantes dans la plage de concentrations attendues de ε-caprolactame dans la solution d'échantillon. Exprimer le résultat par la valeur moyenne des trois facteurs d'étalonnage obtenus.

Poursuivre l'enregistrement du chromatogramme jusqu'à élution complète du ε-caprolactame et de l'étalon interne, puis purger la colonne avec le gaz vecteur jusqu'à ce que la ligne de base normale soit rétablie.

4.5.7 Évaluation des pics chromatographiques

Les temps de rétention du ε-caprolactame, du méthanol et du 1-dodécanol doivent être connus, tout au moins les uns par rapport aux autres. Les valeurs dépendent de la longueur de la colonne, de sa température et de plusieurs autres paramètres, et varient en fonction de la compacité du remplissage de la colonne et de l'âge de cette dernière. Déterminer les surfaces de pic du ε-caprolactame et du 1-dodécanol par intégration électronique ou graphique.

La méthode d'évaluation des pics choisie doit être identique pour les pics correspondants de la solution d'échantillon et de la solution d'étalonnage.

4.6 Expression des résultats

La teneur en ε-caprolactame, w , dans l'échantillon analysé est calculée, en pourcentage en masse, à partir de la [Formule \(1\)](#):

$$w = \frac{A_s' \times A_a \times m_a'}{A_s \times A_a' \times m_0} \times 100 = \frac{A_a \times f_s' \times m_s'}{A_s \times f_a' \times m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

A_s est la surface de pic du 1-dodécanol dans la solution d'essai;

$A_{s'}$ est la surface de pic du 1-dodécanol dans la solution d'étalonnage;

A_a est la surface de pic du ε -caprolactame dans la solution d'essai;

$A_{a'}$ est la surface de pic du ε -caprolactame dans la solution d'étalonnage;

$m_{a'}$ est la quantité de ε -caprolactame, en grammes, pesée et ajoutée à la solution d'étalonnage en [4.5.5](#);

$m_{s'}$ est la quantité de 1-dodécanol, en grammes, pesée et ajoutée à la solution d'étalonnage en [4.5.5](#);

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

$f_{s'}$ est le facteur d'étalonnage du ε -caprolactame:

$$f_{s'} = A_{s'}/m_{s'}$$

$f_{a'}$ est le facteur d'étalonnage du 1-dodécanol:

$$f_{a'} = A_{a'}/m_{a'}$$

4.7 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas disponible au moment de la publication.

4.8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence au présent document, y compris l'année de publication, à savoir l'ISO 11337:2023;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète du polyamide soumis à essai;
- le fabricant et les spécifications de l'appareil de chromatographie en phase gazeuse utilisé, y compris les conditions d'essai;
- la teneur en ε -caprolactame, exprimée en pourcentage en masse;
- tout écart par rapport au mode opératoire;
- toute caractéristique inhabituelle observée;
- la date de l'essai.

5 Méthode B: Méthode par dissolution

5.1 Principe

Une petite quantité de l'échantillon à analyser (environ 0,5 g) est dissoute dans une quantité adaptée d'un solvant approprié contenant une quantité adéquate d'étalon interne.

Un volume approprié de la solution ainsi obtenue est ensuite injecté dans le chromatographe en phase gazeuse pour séparer le ε -caprolactame ou le ω -lauro lactame de l'étalon interne et permettre de déterminer les surfaces de pic.

Cette méthode utilise du ε -caprolactame ou du ω -lauro lactame comme étalon interne et il importe donc de s'assurer avant le dosage que l'échantillon ne contient pas lui-même de l'étalon interne.