

---

---

**Plastiques — Poly(chlorure de vinyle)  
— Détermination du chlorure de  
vinyle monomère résiduel par la  
méthode de chromatographie en  
phase gazeuse**

*Plastics — Poly(vinyl chloride) — Determination of residual vinyl  
chloride monomer using gas-chromatographic method*  
(standards.iteh.ai)

ISO 6401:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6401:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2022

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<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>Échantillonnage</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>2</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Préparation des solutions pour essai .....	3
8.2    Chromatographie en phase gazeuse .....	4
8.3    Détermination .....	4
8.4    Préparation de la courbe d'étalonnage .....	4
<b>9</b> <b>Calcul</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>5</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Colonnes de chromatographie en phase gazeuse appropriées pour la détermination du chlorure de vinyle monomère</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Réponses types pour les solutions d'étalonnage du chlorure de vinyle monomère</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

ISO 6401:2022  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022>

## 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 [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*, 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 6401:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- une référence à la masse volumique du *N,N'*-diméthylacétamide a été ajoutée;
- les conditions de conservation des solutions étalons de chlorure de vinyle ont été spécifiées plus précisément;
- la formule pour l'expression de la teneur en chlorure de vinyle en relation avec la quantité de résine a été corrigée;
- le rapport d'essai a été élargi.

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).

# Plastiques — Poly(chlorure de vinyle) — Détermination du chlorure de vinyle monomère résiduel par la méthode de chromatographie en phase gazeuse

**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 et de déterminer l'applicabilité des exigences réglementaires.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlorure de vinyle monomère dans les résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle et matériaux composés. Cette méthode repose sur la dissolution de l'échantillon et sur la chromatographie en phase gazeuse à espace de tête. La concentration en chlorure de vinyle peut être déterminée dans la plage de 0,1 mg/kg à 3,0 mg/kg.

## 2 Références normatives

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* /catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022

## 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 Principe

Le niveau de chlorure de vinyle monomère est déterminé par chromatographie en phase gazeuse à espace de tête de l'échantillon pour essai du polymère dissous ou gonflé dans du *N,N'*-diméthylacétamide.

## 5 Échantillonnage

En raison de la volatilité du chlorure de vinyle, un gradient de concentration peut se former sur les échantillons de résine accumulés. Il est recommandé de refroidir l'échantillon avant de procéder à l'échantillonnage, il faut cependant éviter la condensation de l'humidité. La préparation des échantillons doit s'effectuer le plus rapidement possible pour minimiser les pertes de monomère résiduel. En cas d'échange d'échantillons entre laboratoires ou de nécessité de stockage, il convient d'isoler les échantillons dans des bouteilles ou des flacons en verre complètement remplis et fermés hermétiquement (par exemple [6.5](#), [6.6](#)).

## 6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, plus ce qui suit:

**6.1 Chromatographe en phase gazeuse**, muni d'un échantillonneur à espace de tête statique automatique.

**6.2 Détecteur pour colonne de chromatographie.**

Tout détecteur adapté pour enregistrer le chlorure de vinyle monomère peut être utilisé.

**6.3 Colonne de chromatographie.**

Le signal obtenu avec une solution contenant 0,01 mg de chlorure de vinyle par litre doit être au moins égal à trois fois le bruit de la ligne de base. La limite de détection de la méthode est de 0,1 mg/kg de chlorure de vinyle dans les échantillons pour essai. Des exemples de colonnes appropriées sont donnés dans le [Tableau A.1](#) de l'[Annexe A](#).

**6.4 Système de traitement des données**, pour l'acquisition des données et l'évaluation des étapes de la chromatographie en phase gazeuse.

**6.5 Bouteilles en verre**, d'une capacité de 30 ml, avec des septums en silicone revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE) et des bouchons en aluminium.

**6.6 Flacons en verre**, d'une capacité de 22,5 ml, avec des septums en silicone revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE) et des bouchons en aluminium.

**6.7 Instruments de crêpage et de débouchage**, pour sceller et déboucher les flacons.

**6.8 Pipettes en verre**, de capacités 25 ml et 10 ml.

**6.9 Microseringues**, de capacités 500 µl et 100 µl.

**6.10 Seringue en verre étanche au gaz**, d'une capacité de 10 ml et comportant un blocage.

**6.11 Balance analytique**, permettant d'effectuer des pesées à 0,1 mg près.

## 7 Réactifs et matériaux

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

**AVERTISSEMENT** — Le chlorure de vinyle est une substance dangereuse et est un gaz à température ambiante. Il convient donc d'effectuer la préparation des solutions uniquement sous une hotte bien ventilée.

**7.1 Chlorure de vinyle**, d'une pureté supérieure à 99,5 %. La bouteille de gaz de chlorure de vinyle doit être équipée d'un adaptateur de seringue.

**7.2 N,N'-diméthylacétamide**, de masse volumique  $\rho = 0,937\ 2\ \text{g/ml}$ <sup>[1]</sup>. Le solvant ne doit pas contenir d'impuretés ayant le même temps de rétention chromatographique que le chlorure de vinyle dans les conditions de l'essai.

**AVERTISSEMENT** — Le N,N'-diméthylacétamide est aussi une substance dangereuse.

**7.3 Gaz de détecteur et gaz vecteur:** Des gaz de haute pureté doivent être utilisés pour atteindre les faibles limites de quantification requises.

**7.4 Chlorure de vinyle, solution étalon,** correspondant à une concentration d'environ 1 600 mg/l de chlorure de vinyle.

Dans une bouteille en verre de 30 ml (6.5), ajouter à l'aide d'une pipette en verre (6.8) 25 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2) et reboucher la bouteille avec un septum en silicone revêtu de PTFE. Peser (à 0,1 mg près) la bouteille contenant le *N,N'*-diméthylacétamide. Introduire ensuite 10 ml de gaz de chlorure de vinyle à travers le septum dans le *N,N'*-diméthylacétamide à l'aide d'une seringue de 10 ml étanche au gaz (6.10) préalablement rincée, en maintenant l'extrémité de l'aiguille de la seringue sous la surface du liquide. Éviter toute contamination du contenu de la bouteille par l'air. Cette solution est la solution A.

Répéter ce mode opératoire avec une seconde bouteille en verre de 30 ml et nommer la solution obtenue solution B.

Laisser reposer les deux bouteilles pendant 2 h à température ambiante pour permettre l'adsorption complète du chlorure de vinyle. Effectuer une seconde pesée à 0,1 mg près pour déterminer la masse du monomère ajouté. Dans la solution étalon, la masse du chlorure de vinyle sera d'environ 40 mg en fonction de la pression de la bouteille. Enregistrer la concentration en chlorure de vinyle dans les solutions A et B, en milligrammes par litre.

Conserver les solutions à une température de  $(7 \pm 3)$  °C.

**7.5 Chlorure de vinyle, solutions mères des étalons de travail,** correspondant à une concentration d'environ 32 mg/l de chlorure de vinyle.

Dans une bouteille en verre de 30 ml, ajouter à l'aide d'une pipette en verre 25 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2), et fermer hermétiquement avec un septum en silicone revêtu de PTFE et un bouchon. Transférer 500 µl de la solution A à travers le septum dans la bouteille à l'aide d'une seringue appropriée.

Répéter l'opération pour la solution B et étiqueter les deux solutions étalons diluées solution C et solution D.

Enregistrer la concentration en chlorure de vinyle des solutions mères d'étalons de travail, en milligrammes par litre.

**7.6 Solutions d'étalonnage du chlorure de vinyle,** correspondant à des concentrations comprises entre 0 mg/l et environ 0,3 mg/l de chlorure de vinyle.

Prendre sept flacons à espace de tête de 22,5 ml (6.6) et ajouter dans chacun d'eux, à l'aide d'une pipette en verre, 10 ml de *N,N'*-diméthylacétamide (7.2). À l'aide d'une seringue de 100 µl, transvaser 0 µl, 20 µl, 40 µl, 50 µl, 60 µl, 80 µl et 100 µl de la solution C dans les flacons individuels et les fermer hermétiquement avec un septum en silicone/PTFE et un bouchon. Prendre deux nouveaux flacons à espace de tête de 22,5 ml et ajouter 10 ml de *N,N'*-diméthylacétamide. Ajouter ensuite dans ces flacons 20 µl de la solution D (donnant une concentration finale d'environ 0,06 mg/l) et fermer hermétiquement avec un septum et un bouchon. Ces deux dernières solutions sont utilisées comme solutions de contrôle.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation des solutions pour essai

Peser 1 g d'échantillon (à 0,1 mg près) et le verser dans un flacon à espace de tête de 22,5 ml (couper les matériaux composés en petits morceaux) et ajouter 10 ml de diméthylacétamide. Fermer hermétiquement avec un septum en silicone/PTFE, puis reboucher le flacon. Répéter cette opération pour produire trois exemplaires des solutions pour essai pour chaque échantillon.

## 8.2 Chromatographie en phase gazeuse

En fonction du type de chromatographe en phase gazeuse et de colonne utilisés pour la détermination, établir les paramètres appropriés de chromatographie en phase gazeuse et de détection.

NOTE À titre indicatif, la température de la ligne de transfert et le profil de température du four de colonne établis pour un chromatographe en phase gazeuse muni de la colonne 2 décrite dans l'[Annexe A](#) sont:

- Température de la ligne de transfert: 150 °C.
- Profil de température du four de colonne: Isotherme à 80 °C pendant 2 min, augmentation de 80 °C à 170 °C à raison de 5 °C/min, puis augmentation de 170 °C à 230 °C à raison de 20 °C/min. Dans ces conditions, le chlorure de vinyle élué à 8,4 min.

## 8.3 Détermination

Transvaser les solutions pour essai, les solutions étalons et les deux solutions de contrôle sur l'échantillonneur à espace de tête statique. Les laisser s'équilibrer à 70 °C pendant 1 h avant l'analyse.

Les paramètres de fonctionnement proposés pour l'échantillonneur à espace de tête sont:

- température de l'aiguille: 150 °C;
- temps de mise en pression: 1,0 min;
- temps d'injection: 0,1 min;
- temps de retrait: 0,5 min.

## 8.4 Préparation de la courbe d'étalonnage

Reporter sur un graphique les teneurs en chlorure de vinyle des solutions d'étalonnage, en milligrammes par litre, par rapport aux aires de pics correspondantes.

## 9 Calcul

À partir de la courbe d'étalonnage, déterminer la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre, des trois solutions pour essai et des deux solutions de contrôle.

La teneur en chlorure de vinyle de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$c_m = c_v \cdot 10 \quad (1)$$

où

$c_m$  est la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par kilogramme de résine de l'échantillon pour essai, basée sur la masse de l'échantillon et le volume de solvant spécifiés en [8.1](#);

$c_v$  est la teneur en chlorure de vinyle, en milligrammes par litre de la solution pour essai, déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

Consigner dans le rapport les résultats individuels pour chacune des trois solutions pour essai, de même que leur moyenne arithmétique et l'écart-type par rapport à la moyenne, à  $10^{-1}$  mg/kg près.

En cas d'écarts significatifs des résultats obtenus pour les solutions de contrôle ([7.6](#)), l'essai doit être répété.



## 10 Fidélité

La fidélité de la méthode n'est pas connue à la date de publication.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence au présent document, y compris son année de publication, à savoir l'ISO 6401:2022;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète du matériau soumis à essai;
- c) les détails nécessaires concernant l'appareillage d'essai, le détecteur et la colonne utilisés, ainsi que les paramètres d'essai requis;
- d) les résultats individuels pour les solutions pour essai, leur moyenne arithmétique et l'écart-type;
- e) la teneur attendue et mesurée en chlorure de vinyle monomère des deux solutions de contrôle;
- f) tout écart par rapport au mode opératoire;
- g) toute caractéristique inhabituelle observée;
- h) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6401:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022>

## Annexe A (informative)

### Colonnes de chromatographie en phase gazeuse appropriées pour la détermination du chlorure de vinyle monomère

Les colonnes PLOT (*porous layer open tubular*, tubulaires ouvertes à couche poreuse) décrites dans le [Tableau A.1](#) ont été jugées adaptées à la détermination.

**Tableau A.1 — Colonnes adaptées**

Colonne	Longueur m	Diamètre mm	Type de colonne
1	15,00	0,53	Polystyrène-divinylbenzène lié
2	30,00	0,53	Homopolymère de divinylbenzène poreux

Un exemple de chromatogrammes typiques obtenus avec la colonne de type 2 est illustré à la [Figure B.1](#).

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6401:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618a73f0-1cfd-4e07-9472-253e189e0b71/iso-6401-2022>