
**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 3451-1:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebe-ea819c6d38a5/iso-3451-1-1997>



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3451-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3451-1:1981), dont elle constitue une révision technique. La principale modification est l'ajout d'un article relatif à la fidélité (article 8).

L'ISO 3451 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Détermination du taux de cendres*:

- *Partie 1: Méthodes générales*
- *Partie 2: Polyalkylène téréphtalates*
- *Partie 3: Acétate de cellulose non plastifié*
- *Partie 4: Polyamides*
- *Partie 5: Poly(chlorure de vinyle)*

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 1: Méthodes générales

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3451 prescrit des méthodes générales et les conditions d'essai appropriées correspondantes, qui permettent de déterminer le taux de cendres d'une gamme de plusieurs plastiques (résines et compositions). Les conditions particulières choisies peuvent être incluses dans les spécifications relatives au matériau plastique considéré.

Les conditions particulières applicables aux plastiques renforcés de fibres de verre, contenant des charges et/ou certains additifs, sont prescrites dans les autres parties de l'ISO 3451 relatives aux types spécifiques de plastiques (voir l'avant-propos).

(standards.iteh.ai)

2 Principe

ISO 3451-1:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebe-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebe-42819c6d38e5/iso-3451-1-1997)

Trois méthodes principales permettent de déterminer le taux de cendres d'un matériau organique, à savoir:

- 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 (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 employée 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 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.

Dans chaque cas, le stade final du mode opératoire est une calcination à 600 °C, 750 °C, 850 °C ou 950 °C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante (voir 5.2).

3 Réactifs (uniquement pour les méthodes B et C)

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Carbonate d'ammonium, anhydre.

3.2 Nitrate d'ammonium, solution à environ 10 % (m/m).

3.3 Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

AVERTISSEMENT — Prendre les précautions nécessaires pour la manipulation de ce produit.

3.4 Acide sulfurique, solution à 50 % (V/V).

AVERTISSEMENT — Prendre les précautions nécessaires pour la manipulation de ce produit.

4 Appareillage

4.1 Creuset, en quartz, porcelaine ou platine, inerte vis-à-vis du matériau essayé.

4.2 Brûleur à gaz, ou toute autre source de chaleur appropriée.

4.3 Four à moufle, ou **four à micro-ondes**, réglable à $600 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$, $750 \text{ °C} \pm 50 \text{ °C}$, $850 \text{ °C} \pm 50 \text{ °C}$ ou $950 \text{ °C} \pm 50 \text{ °C}$, selon le cas.

4.4 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg.

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

4.6 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.

4.7 Vase à peser.

4.8 Hotte à fumées.

5 Mode opératoire

5.1 Prise d'essai

Prélever une quantité d'échantillon pour essai suffisante pour produire de 5 mg à 50 mg de cendres. Si le taux de cendres approximatif n'est pas connu, en effectuer une détermination préliminaire.

Les masses recommandées pour la prise d'essai sont données dans le tableau 1.

Pour les plastiques qui produisent très peu de cendres, il est nécessaire d'utiliser d'importantes prises d'essai. Lorsqu'il est impossible de brûler 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 (4.1) 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.

Tableau 1 — Masses recommandées pour la prise d'essai

Taux de cendres approximatif (s'il est connu) %	Prise d'essai g	Masse de cendres obtenue mg
≤ 0,01	200 min.	de 5 à 50
> 0,01 à 0,05	100	de 10 à 50
> 0,05 à 0,1	50	de 25 à 50
> 0,1 à 0,2	25	de 25 à 50
> 0,2	10 max.	de 20 à 50

5.2 Conditions d'essai

La calcination doit être poursuivie jusqu'à l'obtention d'une masse constante, telle que définie en 5.3.6, mais sa durée ne doit pas dépasser 3 h dans le four à moufle (4.3) à la température prescrite.

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 permettent généralement de raccourcir la durée de la calcination.

Quelle que soit la méthode utilisée — A, B ou C — choisir l'une des plages de températures suivantes pour le stade final (calcination), à moins que d'autres températures ne soient requises pour des raisons impérieuses, d'ordre technique ou commercial:

600 °C ± 25 °C, 750 °C ± 50 °C, 850 °C ± 50 °C, 950 °C ± 50 °C

Utiliser la hotte à fumées (4.8) pour l'incinération.

5.3 Méthode A — Calcination directe

5.3.1 Préparer le creuset (4.1) en le portant à la température d'essai dans le four à moufle (4.3) jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Le laisser refroidir dans le dessiccateur (4.6) pendant 1 h ou jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante, et le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (4.4).

5.3.2 Introduire, dans le vase à peser (4.7) taré, une prise d'essai préséchée conformément à la description donnée dans les spécifications du matériau correspondant, ou caractérisée par un taux de matières volatiles connu, correspondant de 5 mg à 50 mg de cendres. De nouveau, peser à 0,1 mg près ou à 0,1 % de la masse de la prise d'essai. Si la prise d'essai correspondant à une production de 5 mg à 50 mg de cendres peut être contenue dans le creuset, on peut l'introduire directement dans le creuset, puis la peser dans celui-ci. Le mode opératoire décrit ci-après suppose néanmoins que ce ne sera pas la cas. Les matériaux très volumineux peuvent être comprimés en pastilles qui peuvent, ensuite, être cassées en fragments de grandeur appropriée.

5.3.3 Introduire suffisamment de prise d'essai pour remplir le creuset à moitié. Chauffer le creuset directement sur le brûleur ou sur tout autre dispositif de chauffage approprié (4.2) pour obtenir une combustion lente. La combustion ne doit pas être trop vive afin d'éviter de perdre des particules de cendres. Refroidir et ajouter une autre partie de la prise d'essai. Répéter les opérations décrites ci-dessus jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consumée.

5.3.4 Introduire le creuset dans le four à moufle chauffé au préalable à la température prescrite et calciner pendant 30 min.

5.3.5 Placer le creuset dans le dessiccateur, le laisser s'y refroidir pendant 1 h ou jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante, et le peser, à 0,1 mg près, sur la balance analytique (4.4).

5.3.6 De nouveau, calciner dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention d'une masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives ne diffèrent pas entre eux de plus de 0,5 mg.

5.4 Méthode B — Calcination après traitement à l'acide sulfurique après combustion

5.4.1 Procéder comme prescrit en 5.3.1, 5.3.2 et 5.3.3.

5.4.2 Après refroidissement, ajouter goutte à goutte, à l'aide d'une pipette de capacité appropriée (4.5), la solution d'acide sulfurique (3.4) de façon à humecter complètement le résidu, puis chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit terminé, en évitant de produire une ébullition trop vive.

5.4.3 S'il reste des traces de matières carbonées après le refroidissement, ajouter 1 à 5 gouttes de solution de nitrate d'ammonium (3.2) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches soit complètement terminé.

5.4.4 Pour transformer en sulfates les oxydes métalliques qui se sont formés au cours des opérations précédentes, ajouter, après refroidissement, environ 5 gouttes d'acide sulfurique concentré (3.3) et chauffer jusqu'à ce que le dégagement de fumées blanches soit terminé, en évitant de provoquer une ébullition trop vive ou une perte de cendres due à un dégagement excessif de fumées.

5.4.5 Après refroidissement, ajouter 1 g à 2 g de carbonate d'ammonium solide (3.1) et chauffer en évitant les pertes de cendres jusqu'à ce que le dégagement de fumées soit terminé. Ensuite, placer le creuset dans le four à moufle préchauffé à la température prescrite et procéder comme prescrit en 5.3.4, 5.3.5 et 5.3.6.

5.5 Méthode C — Calcination après traitement à l'acide sulfurique avant combustion

5.5.1 Cette méthode ne doit jamais être utilisée avec les silicones ou les polymères fluorés.

5.5.2 Procéder comme prescrit en 5.3.1 et 5.3.2.

5.5.3 Introduire suffisamment de prise d'essai pour remplir le creuset à moitié. À l'aide d'une pipette (4.5), ajouter une quantité suffisante d'acide sulfurique concentré (3.3) de façon à humecter complètement le matériau. Couvrir le creuset d'un verre de montre. Chauffer le creuset à petite flamme directement sur le brûleur jusqu'à ce que la matière organique commence à se décomposer.

Poursuivre le chauffage avec précaution en déplaçant légèrement le verre de montre pour chasser complètement l'acide, en veillant à ne perdre aucune matière susceptible de produire des cendres. Si le plastique soumis à l'essai a tendance à perdre des matières susceptibles de produire des cendres, il est recommandé de placer le creuset et son contenu dans un trou ménagé dans une plaque de matériau résistant au feu (par exemple fibre céramique) et de chauffer à petite flamme afin d'obtenir une combustion lente de la matière organique sans l'enflammer. Si la charge initiale contenue dans le creuset était insuffisante pour produire une masse acceptable de cendres, laisser refroidir le creuset, ajouter une autre partie de la prise d'essai et répéter les opérations décrites ci-dessus jusqu'à ce que toute la prise d'essai se soit consommée. Enlever le verre de montre en s'assurant qu'aucune particule solide n'y adhère.

Lorsque l'acide sulfurique est susceptible de passer par capillarité sur le bord du creuset, sur sa paroi extérieure ou lorsque, malgré les précautions prises, on perd une partie de la prise d'essai en raison d'une réaction violente (ce qui se produit souvent avec le PVC), l'acide sulfurique concentré peut être remplacé par un mélange d'acide acétique concentré et d'acide sulfurique. L'emploi de ces acides mélangés doit faire l'objet d'un accord conclu entre les parties intéressées et doit être mentionné dans le rapport d'essai.

5.5.4 Procéder comme prescrit en 5.4.3, 5.4.4 et 5.4.5.

6 Nombre d'essais

Le nombre d'essais et la dispersion admissible des résultats devraient en principe être mentionnés dans la norme spécifique relative à chaque matériau. Si ces informations n'y figurent pas, effectuer deux déterminations, en répétant l'essai autant de fois que nécessaire jusqu'à ce que les résultats de deux déterminations successives ne diffèrent pas entre eux de plus de 10 % de leur moyenne.

7 Expression des résultats

Le taux de cendres ou de cendres sulfatées, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, de cendres obtenue.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Fidélité

Les données relatives à la fidélité ont été obtenues à partir d'essais effectués en collaboration par huit laboratoires sur huit matériaux différents. Le résumé de ces données est donné dans le tableau 2.

Tableau 2 — Sommaire des données de fidélité

Matériau/charge	Taux de cendres moyen %	s_r	s_R	r	R
HDPE/antiadhérent	0,015	0,003 8	0,005 2	0,010 7	0,014 6
LDPE/antiadhérent	0,149	0,004 7	0,005 4	0,013 2	0,015 1
LDPE/antiadhérent	0,437	0,004 7	0,005 9	0,013 1	0,016 5
LDPE/antiadhérent	1,00	0,009 0	0,009 0	0,025 3	0,025 3
PET/SiO ₂	3,18	0,044 8	0,044 8	0,125 3	0,125 3
PET/TiO ₂	12,46	0,046 1	0,051 5	0,129 2	0,144 1
PA/verre	33,16	0,271 5	0,282 2	0,760 2	0,790 2
PET/TiO ₂	44,81	0,370 7	0,400 0	1,037 9	1,120 1

NOTE —

s_r est l'écart-type de répétabilité.

s_R est l'écart-type de reproductibilité.

r est la limite de répétabilité, c'est-à-dire la valeur au-dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai isolés, obtenus dans des conditions de répétabilité (même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), est censée se trouver avec une probabilité de 95 %.

R est la limite de reproductibilité, c'est-à-dire la valeur au-dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai isolés, obtenus dans des conditions de reproductibilité (opérateurs différents, appareillages différents, laboratoires différents), est censée se trouver avec une probabilité de 95 %.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification complète du matériau soumis à l'essai;
- c) méthode utilisée (A, B ou C) et mention indiquant, le cas échéant, que le mélange d'acide acétique et d'acide sulfurique a été utilisé (voir 5.5.3, dernier alinéa);
- d) température de calcination utilisée;
- e) nombre de prises d'essai utilisées, et masse de chacune;
- f) résultats obtenus et leur dispersion.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3451-1:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebe-ea819c6d38a5/iso-3451-1-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebe-ea819c6d38a5/iso-3451-1-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3451-1:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6cd107e9-31ef-410b-aebc-ea819c6d38a5/iso-3451-1-1997>