

NORME INTERNATIONALE

ISO
3451-5

Première édition
1989-09-15

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 5 :

Poly(chlorure de vinyle)

iTeh Standards

(<https://standards.itih.ai>)
Plastics — Determination of ash —
Part 5 : Poly(vinyl chloride)
Document Preview

ISO 3451-5:1989

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/b64b264f7ecd-4cad-a966-11b673d2cfa0/iso-3451-5-1989>



Numéro de référence
ISO 3451-5:1989(F)

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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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

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)*

Plastiques — Détermination du taux de cendres —

Partie 5 :

Poly(chlorure de vinyle)

AVERTISSEMENT — Au cours de la décomposition thermique du chlorure de poly(chlorure de vinyle), il se produit de l'acide chlorhydrique et des précautions doivent être prises pour éviter l'inhalation des fumées.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3451 prescrit deux méthodes pour la détermination du taux de cendres du poly(chlorure de vinyle). Les modes opératoires généraux donnés dans l'ISO 3451-1 sont suivis, méthode A de l'ISO 3451-1 (cendres) ou méthode B de l'ISO 3451-1 (cendres sulfatées). Ces méthodes peuvent être utilisées pour les résines, les compositions, et les produits finis.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3451. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3451 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3451-1:1981, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales.*

3 Principe

Méthode A

Calcination directe, par brûlage de la matière organique et traitement du résidu à 850 °C jusqu'à masse constante.

Méthode B

Calcination avec traitement à l'acide sulfurique après combustion, par brûlage de la substance et transformation du résidu en sulfates par l'acide sulfurique concentré et, finalement, traitement du résidu à 850 °C jusqu'à masse constante. En présence de composés de plomb, la méthode B est recommandée.

4 Réactif (pour la méthode B seulement)

4.1 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, de qualité analytique reconnue.

5 Appareillage

Appareillage décrit dans l'ISO 3451-1, et notamment:

5.1 Creuset en silice ou en platine, diamètre de la partie supérieure 45 mm à 75 mm, hauteur égale au diamètre. Les dimensions doivent être suffisantes de façon que le creuset ne soit pas rempli à plus de la moitié par la prise d'essai.

5.2 Bec Bunsen, avec triangle en silice et tripode, ou tout autre dispositif de chauffage approprié.

5.3 Four à moufle, thermorégularisé à 850 °C \pm 50 °C.

5.4 Pipettes, de capacité appropriée (pour la méthode B seulement).

5.5 Dessiccateur, contenant un agent desséchant efficace, qui ne doit pas réagir chimiquement avec les composés de la cendre.

NOTE 1 Dans quelques cas, l'affinité de la cendre pour l'eau peut être plus grande que celle de l'agent desséchant communément utilisé.

6 Mode opératoire

6.1 Méthode A — Calcination directe (détermination des cendres)

6.1.1 Préparer le creuset (5.1) en le chauffant dans le four à moufle (5.3) à $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.5) jusqu'à la température ambiante durant au moins 1 h et peser à 0,1 mg près.

6.1.2 Introduire, dans le creuset, 2 g à 5 g d'échantillon pour essai et peser de nouveau. Chauffer le creuset directement à l'aide du dispositif de chauffage (5.2) de façon à brûler doucement l'échantillon, et d'éviter ainsi les pertes de cendres. Poursuivre cette opération jusqu'à cessation du dégagement de fumée.

6.1.3 Placer le creuset à l'entrée du four à moufle réglé à $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (la température à l'entrée est d'environ $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$), puis introduire doucement le creuset à l'intérieur du four. Calciner doucement (pour prévenir la perte de particules de cendres) durant 30 min à $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.1.4 Retirer le creuset du four. Le placer dans le dessiccateur pour lui permettre de se refroidir à la température ambiante durant au moins 1 h et peser à 0,1 mg près.

6.1.5 Calciner à nouveau, dans les mêmes conditions, jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg. La durée de chauffage dans le four ne doit pas, quoi qu'il en soit, dépasser 3 h; si la masse constante n'est pas obtenue après cette durée, la masse après 3 h doit être utilisée pour calculer le résultat de l'essai.

6.2 Méthode B — Calcination avec traitement à l'acide sulfurique après combustion (détermination des cendres sulfatées)

6.2.1 Procéder comme détaillé en 6.1.1 et 6.1.2.

6.2.2 Après refroidissement du creuset et de son contenu, ajouter l'acide sulfurique (4.1), goutte à goutte, à l'aide d'une pipette de capacité appropriée (5.4), jusqu'à ce que le résidu soit complètement détrempé. Chauffer soigneusement à l'aide du dispositif de chauffage (5.2) jusqu'à cessation du dégagement de fumée, en évitant les éclaboussures du contenu du creuset.

6.2.3 Si après le refroidissement du creuset le carbone est encore visible, ajouter 1 à 5 gouttes d'acide sulfurique et chauffer de nouveau jusqu'à cessation du dégagement de fumée blanche.

6.2.4 Placer le creuset à l'entrée du four à moufle (5.3) réglé à $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ et procéder comme détaillé en 6.1.3, 6.1.4 et 6.1.5. Le résidu après calcination doit être blanc.

7 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations. Calculer la moyenne arithmétique des résultats. Si les résultats individuels d'essai diffèrent de plus de 10 % par rapport à leur moyenne, répéter le mode opératoire jusqu'à ce que deux résultats consécutifs ne diffèrent pas l'un de l'autre de plus de 10 % par rapport à leur moyenne.

8 Expression des résultats

Le taux de cendres ou de cendres sulfatées, exprimé en grammes pour 100 g d'échantillon, 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;

m_1 est la masse, en grammes, de cendres.

9 Justesse et fidélité

La justesse et la fidélité de cette méthode ne sont pas connues car des données d'essais interlaboratoires ne sont pas disponibles. Étant donné que la gamme des formulations contenant du poly(chlorure de vinyle) est très grande, il n'est pas possible d'établir des limites spécifiques pour toutes.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) référence à la présente partie de l'ISO 3451;