

Matières plastiques

**Résines de polychlorure de vinyle**

**Détermination des cendres sulfatées**

---

**Norme Marocaine homologuée**

Par arrêté du Ministre de l'Industrie, du Commerce et des Télécommunications n° 1543-03 du 1<sup>er</sup> Août 2003, publié au B.O n° 5140 du 04 Septembre 2003.

---

**Correspondance**

La présente norme est en large concordance avec la NF T 54-044/1970.

---

**Modifications**

---

Elaborée par le comité technique de normalisation des matières plastiques  
Editée et diffusée par le Service de Normalisation Industrielle Marocaine (SNIMA)

---

**SOMMAIRE**

	<b>Page</b>
<b>1</b> <b>OBJET.....</b>	<b>3</b>
<b>2</b> <b>PRINCIPE.....</b>	<b>3</b>
<b>3</b> <b>APPAREILLAGE.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b> <b>REACTIF.....</b>	<b>3</b>
<b>5</b> <b>MODE OPERATOIRE.....</b>	<b>3</b>
<b>6</b> <b>CALCUL ET EXPRESSION DU RESULTAT.....</b>	<b>4</b>
<b>7</b> <b>PROCES-VERBAL D'ESSAI.....</b>	<b>4</b>

## 1 OBJET

La présente norme marocaine a pour objet de décrire une méthode conventionnelle de détermination des cendres sulfatées des résines de polychlorure de vinyle.

## 2 PRINCIPE

Combustion préalable de la prise d'essai, traitement du résidu par l'acide sulfurique et chauffage (\*). Ensuite calcination à  $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$  jusqu'à obtention d'une masse constante.

## 3 APPAREILLAGE

Appareillage courant de laboratoire, et notamment:

- creusets de silice, de porcelaine ou de platine, de 4,5 à 7,5 cm de diamètre et de profondeur au moins égale (un creuset profond est particulièrement recommandé),
- bec Bunsen ou appareil équivalent,
- four à moufle, à gaz ou électrique, pouvant être réglé à  $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ ,
- balance précise à 0,1 mg,
- pipette,
- dessiccateur.

## 4 REACTIF

1. Acide sulfurique, chimiquement pur ( $\rho_{20} = 1,84\text{ g/ml}$ ).

## 5 MODE OPERATOIRE

Dans le creuset préalablement calciné dix minutes à  $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ , refroidi en dessiccateur et taré avec une incertitude maximale de  $\pm 0,5\text{ mg}$  près, introduire environ 5 g de résine de polychlorure de vinyle. Peser à nouveau le creuset avec son contenu, avec une incertitude maximale de  $\pm 0,5\text{ mg}$ , et en déduire la masse M de résine mise en oeuvre.

Chauffer doucement le creuset au moyen d'un bec Bunsen ou appareil équivalent jusqu'à inflammation de la résine et entretenir la combustion, en évitant que les fumées n'entraînent des particules de cendres, jusqu'à ce que la prise d'essai soit complètement consumée.

Laisser refroidir le creuset et son contenu.

A l'aide d'une pipette, verser dans le creuset de l'acide sulfurique (1) goutte à goutte en chauffant prudemment ( $400\text{ °C}$  environ) jusqu'à ce que l'attaque soit terminée.

Placer le creuset à l'entrée du four à moufle réglé à  $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$  (la température dans cette zone étant de l'ordre de  $300\text{ à }400\text{ °C}$ ) puis l'introduire peu à peu à l'intérieur du four. La calcination doit être conduite assez lentement, afin que les fumées n'entraînent pas de particules de cendres.

Calciner pendant dix minutes à  $850\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ .

Après refroidissement dans le dessiccateur, peser le creuset avec une incertitude maximale de 0,5 mg.

---

(\*) A titre d'information, dans la méthode adoptée sur le plan international (ISO) l'excès d'acide sulfurique est neutralisé par addition de carbonate d'ammonium et nouveau chauffage; cette précaution paraît inutile.

Calculer de nouveau pendant dix minutes, refroidir en dessiccateur et peser.

Répéter ces dernières opérations jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg.

Par différence avec la tare, mesurer la masse C, en grammes, des cendres sulfatées.

Opérer sur deux prises d'essai ; calculer les pourcentages des cendres sulfatées correspondantes selon la formule donnée au chapitre 6.

## 6 CALCUL ET EXPRESSION DU RESULTAT

6.1 Pour chaque prise d'essai, calculer les cendres sulfatées, en pourcentage en masse par la formule :

$$\frac{C}{M} \times 100$$

où :

C = masse des cendres sulfatées, en grammes.

M = masse de résine, en grammes.

6.2 Si l'écart, en valeur absolue entre ces deux pourcentages, est inférieur à 0,10, effectuer la moyenne des deux valeurs et la donner comme résultat avec deux décimales (la deuxième décimale étant arrondie au 0 ou au 5 le plus proche).

6.3 Si l'écart, en valeur absolue, est supérieur à 0,10 procéder à autant de nouvelles déterminations qu'il sera nécessaire pour obtenir deux valeurs successives remplissant cette condition.

Toutefois, lorsque les deux valeurs obtenues - et quel que soit l'écart existant entre elles - sont l'une et l'autre inférieure à 0,20 %, il ne sera pas procédé à de nouvelles déterminations.

(L'expérience d'essais interlaboratoires a montré que la reproductibilité, exprimé par son écart-type (\*), sur la valeur du pourcentage ainsi déterminé, était de  $\pm 0,05$  %).

## 7 PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit mentionner, outre le résultat obtenu, les détails opératoires non prévus dans la norme et les incidents susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

---

(\*) Selon les indications des normes NM ISO 5725-1, NM ISO 5725-2, NM ISO 5725-3, NM ISO 5725-4, NM ISO 5725-5 et NM ISO 5725-6.