

Norme internationale



6101/1

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Caoutchouc — Dosage du métal — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme — Partie 1 : Dosage du zinc

*Rubber — Determination of metal content — Flame atomic absorption spectrometric method — Part 1 : Determination of zinc content*

Première édition — 1981-12-15

Page 4  
+1, 2 et 3

CDU 678.4 : 543.422 : 546.47

Réf. n° : ISO 6101/1-1981 (F)

Descripteurs : industrie des élastomères, caoutchouc, essai, dosage, zinc, spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages

45

ISO 6101/1-1981 (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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 6101/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en mars 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

|                         |                       |                 |
|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Égypte, Rép. arabe d' | Pologne         |
| Allemagne, R. F.        | Espagne               | Roumanie        |
| Australie               | France                | Royaume-Uni     |
| Autriche                | Hongrie               | Sri Lanka       |
| Belgique                | Inde                  | Suède           |
| Brésil                  | Italie                | Tchécoslovaquie |
| Canada                  | Malaisie              | Turquie         |
| Chine                   | Mexique               | URSS            |
| Corée, Rép. de          | Pays-Bas              | USA             |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Danemark

# Caoutchouc — Dosage du métal — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme — Partie 1 : Dosage du zinc

## 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6101 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du zinc dans les caoutchoucs.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en zinc est comprise entre 0,1 % et 3,0 % (*m/m*). Des teneurs en zinc en dehors de cette plage peuvent être déterminées, pourvu que l'on adapte convenablement la masse de la prise d'essai aux concentrations des solutions utilisées.

## 2 Référence

ISO 247, *Caoutchouc — Détermination des cendres*.

## 3 Principe

NOTE — En ce qui concerne la terminologie utilisée, voir ISO 6955, *Analyse par spectroscopie d'émission de flamme, d'absorption atomique et de fluorescence atomique — Vocabulaire*<sup>1)</sup>, et pour de plus amples informations sur l'emploi de la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, voir ISO 6956, *Spectrométrie d'absorption atomique — Introduction à son emploi*<sup>1)</sup>.

Si le caoutchouc contient des composés halogénés, digestion d'une prise d'essai dans l'acide sulfurique et l'acide nitrique, élimination des acides par évaporation puis calcination du résidu à  $550 \pm 25$  °C. Autrement, calcination directe d'une prise d'essai à  $550 \pm 25$  °C.

Dissolution des cendres obtenues dans l'acide chlorhydrique. S'il y a présence de silicates de zinc insolubles, décomposition avec un mélange d'acide sulfurique et d'acide fluorhydrique pour les transformer en sulfates de zinc.

Aspiration de la solution obtenue dans un spectromètre d'absorption atomique et mesure de l'absorption à une longueur d'onde de 213,8 nm, en utilisant un tube à cathode creuse au zinc comme source d'émission.

## 4 Réactifs

Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être observées lorsque l'on effectue les ~~modes opératoires~~ <sup>opérations</sup> spécifiés dans la présente Norme internationale.

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.

**4.1 Acide sulfurique** ( $\rho_{20} = 1,84$  Mg/m<sup>3</sup>).

**4.2 Acide chlorhydrique** ( $\rho_{20} = 1,18$  Mg/m<sup>3</sup>).

**4.3 Acide chlorhydrique**, solutions.

**4.3.1 Acide chlorhydrique**, solution 1 + 2 (V/V).

Diluer 1 volume de l'acide chlorhydrique concentré (4.2) avec 2 volumes d'eau.

**4.3.2 Acide chlorhydrique**, solution 1 + 100 (V/V).

Diluer 1 volume de l'acide chlorhydrique concentré (4.2) avec 100 volumes d'eau.

**4.4 Acide fluorhydrique** ( $\rho_{20} = 1,19$  Mg/m<sup>3</sup>) [38 à 40 % (*m/m*)].

**4.5 Acide nitrique** ( $\rho_{20} = 1,42$  Mg/m<sup>3</sup>).

**4.6 Zinc**, solution étalon correspondant à 1 g de zinc par décimètre cube.

Utiliser des solutions étalons de zinc commerciales, ou préparer ces solutions de la manière suivante.

Peser, à 0,000 1 g près, 1,000 g de poudre de zinc pur (pureté 99,9 %) et dissoudre dans une quantité minimale de solution d'acide chlorhydrique 1 + 2 (4.3.1). Diluer jusqu'à 1 000 cm<sup>3</sup> avec de la solution d'acide chlorhydrique 1 + 100 (4.3.2) et mélanger parfaitement.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution étalon contient 1 mg (1 000 µg) de zinc.

1) Actuellement au stade de projet.

**4.7 Zinc**, solution étalon correspondant à 0,01 g de zinc par décimètre cube.

Introduire soigneusement à la pipette 10 cm<sup>3</sup> de la solution étalon de zinc (4.6) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm<sup>3</sup>. Diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique 1 + 2 (4.3.1) et mélanger parfaitement.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution étalon contient 10 µg de zinc.

## 5 Appareillage<sup>1)</sup>

**5.1 Balance**, précise à 0,000 1 g.

**5.2 Four à moufle**, pouvant être réglé à 550 ± 25 °C.

**5.3 Bécher**, de capacité 250 cm<sup>3</sup>.

**5.4 Fioles jaugées à un trait**, à bouchon en verre, de capacité 50, 100, 200, 500 et 1 000 cm<sup>3</sup>, conformes aux spécifications de l'ISO 1042, classe A.

**5.5 Entonnoir filtrant**, de diamètre 65 mm et d'angle 60°.

**5.6 Creuset**, en silice ou en porcelaine et de capacité 50 cm<sup>3</sup> (voir ISO 1772).

**5.7 Creuset**, en platine et de capacité 50 cm<sup>3</sup>.

**5.8 Tige de platine**, comme agitateur.

**5.9 Papier filtre**, sans cendres, de diamètre 110 mm.

**5.10 Plaque chauffante électrique** ou brûleur à gaz avec bain de sable.

**5.11 Fiole conique**, de capacité 250 cm<sup>3</sup>.

**5.12 Spectromètre d'absorption atomique**, muni d'un brûleur alimenté en acétylène et air. L'appareil doit être utilisé conformément aux instructions du fabricant pour obtenir des performances optimales.

**5.13 Pipettes jaugées**, de capacité 5, 10, 20 et 50 cm<sup>3</sup>, conformes aux spécifications de l'ISO 648, classe A.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

**6.1.1** Si la calcination doit être effectuée d'après la méthode A ou la méthode B de l'ISO 247, peser, à 0,1 mg près, 0,1 g de

caoutchouc broyé ou finement coupé dans le creuset approprié (5.6 ou 5.7).

**6.1.2** Si le caoutchouc contient des composés halogénés (par exemple, caoutchouc chloroprène), peser, à 0,1 mg près, 0,1 g de caoutchouc broyé ou finement coupé dans la fiole conique de 250 cm<sup>3</sup> (5.11).

### 6.2 Préparation de la solution d'essai

#### 6.2.1 Calcination de la prise d'essai

**6.2.1.1** Effectuer la calcination de la prise d'essai (6.1.1) conformément à la méthode A ou à la méthode B de l'ISO 247. Il n'est pas nécessaire de peser les cendres.

**6.2.1.2** Si le caoutchouc contient des composés halogénés, effectuer la calcination de la prise d'essai (6.1.2) en procédant de la manière suivante.

Ajouter, à la prise d'essai (6.1.2), 10 à 15 cm<sup>3</sup> de l'acide sulfurique (4.1) et chauffer modérément jusqu'à décomposition de la prise d'essai. Ajouter prudemment 5 cm<sup>3</sup> de l'acide nitrique (4.5). Continuer à chauffer jusqu'à décomposition totale de la prise d'essai et émission de fumées blanches.

Certains mélanges de caoutchouc produisent des projections importantes; dans ce cas, utiliser une fiole conique plus grande.

Transvaser toute la quantité de mélange de réaction dans le creuset (5.6), évaporer à sec et calciner à 550 ± 25 °C, jusqu'à élimination de tout le carbone par combustion.

#### 6.2.2 Dissolution des cendres

**6.2.2.1** Ajouter prudemment 20 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1) aux cendres. (Les carbonates produisent des projections et des mousses.)

Transvaser la solution et le résidu dans le bécher (5.3), avec 50 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1), et chauffer pendant 30 min.

Si le résidu est complètement dissous, transvaser dans une fiole jaugée de 100 cm<sup>3</sup> et diluer jusqu'au trait repère avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1), puis procéder conformément à 6.4.

**6.2.2.2** Si les cendres ne sont pas totalement dissoutes en suivant le processus décrit en 6.2.2.1, répéter l'incinération conformément à 6.2.1.1 ou à 6.2.1.2, en utilisant une nouvelle prise d'essai et en procédant de la manière suivante.

1) Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour désigner le centimètre cube (cm<sup>3</sup>), selon une décision de la 12<sup>e</sup> Conférence générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est, en général, accepté dans les Normes internationales quand il s'agit de capacités de verrerie jaugée et de volumes liquides. La verrerie marquée de l'une ou l'autre manière peut être utilisée d'une manière satisfaisante avec les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale.

Car c'est différent de 6.4.3 (ou 6.5)

Transvaser les cendres de la nouvelle prise d'essai dans le creuset (5.7). Ajouter quelques gouttes de l'acide sulfurique (4.1) et chauffer jusqu'à émission de fumées. Refroidir et ajouter 3 autres gouttes de l'acide sulfurique (4.1) et 5 cm<sup>3</sup> de l'acide fluorhydrique (4.4). Chauffer sur la plaque chauffante électrique ou le bain de sable (5.10) et évaporer à sec, tout en agitant avec la tige de platine (5.8). Répéter deux fois ce processus.

Refroidir et ajouter 50 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1) et filtrer. Laver le filtre avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1) et rassembler le filtrat et les liquides de lavage dans une fiole jaugée de 100 cm<sup>3</sup> (5.4). Diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1) et mélanger parfaitement. Procéder conformément à 6.4.

**6.2.2.3** Les solutions d'essai devraient contenir approximativement 33 % de l'acide chlorhydrique (4.2). Si l'évaporation ou une réaction avec les carbonates, etc., a réduit ou augmenté cette concentration, l'ajuster en conséquence avec de l'acide chlorhydrique concentré (4.2) ou avec de l'eau.

**6.3** <sup>Établissement</sup> Préparation de la courbe d'étalonnage

**6.3.1** Préparation des solutions <sup>étalons de comparaison</sup> d'étalonnage

Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 100 cm<sup>3</sup> (5.4), introduire les volumes de la solution étalon de zinc (4.7) indiqués dans le tableau suivant, diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1) et mélanger parfaitement.

| Volume de solution étalon de zinc (4.7) | Masse correspondante de zinc contenue dans 1 cm <sup>3</sup> |
|---|--|
| cm <sup>3</sup>                         | µg   |
| 100                                     | 10   |
| 50                                      | 5  |
| 20                                      | 2  |
| 10                                      | 1  |
| 5                                       | 0,5  |

**6.3.2** Mesures spectrométriques

Allumer le spectromètre (5.12) suffisamment à l'avance pour être sûr qu'il soit stable. La lampe à cathode creuse au zinc étant positionnée convenablement, ajuster la longueur d'onde à 213,8 nm et la sensibilité et l'ouverture de la fente en fonction des caractéristiques de l'appareil.

Ajuster la pression et le débit de l'air et de l'acétylène conformément aux instructions du fabricant, afin d'obtenir une flamme oxydante claire, non éclairante, adaptée aux caractéristiques de l'appareil utilisé.

Aspirer les solutions étalons de comparaison (6.3.1) successivement dans la flamme, et mesurer l'absorbance de chaque solution deux fois. Veiller à maintenir la vitesse d'aspiration constante tout au long.

NOTE — Aspirer de l'eau <sup>par</sup> le brûleur après chaque mesure.

**6.3.3** Essai à blanc <sup>des résultats pour la courbe</sup> d'étalonnage

Effectuer un essai à blanc parallèlement à l'étalonnage, en utilisant de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1).

**6.3.4** Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe, par exemple en portant les masses, en microgrammes, de zinc contenues dans 1 cm<sup>3</sup> des solutions étalons de comparaison en abscisses, et les valeurs correspondantes des absorbances, corrigées par l'absorbance de la solution d'essai à blanc (6.3.3), en ordonnées.

**6.4** Détermination

**6.4.1** Effectuer des mesures spectrométriques en double, à une longueur d'onde de 213,8 nm, sur la solution d'essai (6.2.2) et sur la solution d'essai à blanc (voir 6.4.3), en suivant le mode opératoire spécifié en 6.3.2.

**6.4.2** Si la réponse de l'instrument pour la solution d'essai est supérieure à celle de la solution étalon de comparaison ayant la plus forte teneur en zinc (voir 6.3.1), diluer selon besoins avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1), en procédant de la manière suivante.

Introduire à la pipette exactement *n* cm<sup>3</sup> de la solution d'essai (6.2.2), dans une fiole jaugée à un trait de 100 cm<sup>3</sup> (5.4), de manière que la concentration en zinc se situe dans la gamme couverte par les solutions étalons de comparaison. Diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1). Refaire la mesure spectrométrique.

NOTE — Pour augmenter la fiabilité de la méthode d'essai, il peut être recommandé de doser le zinc par la méthode des «ajouts dosés», dans laquelle des quantités croissantes de la solution étalon de comparaison (6.3.1) sont ajoutées à la solution d'essai et de nouveau mesurées. Les résultats obtenus sont représentés graphiquement en fonction de la concentration en zinc ajoutée, puis extrapolés pour une addition nulle. L'utilisation de cette méthode diminue l'interférence du fond due à la présence possible d'autres composants des cendres qui sont inconnus et qui interfèrent.

**6.5** Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, en utilisant de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1).

Si la préparation de la solution d'essai a impliqué l'emploi d'acide sulfurique, préparer la solution d'essai à blanc en répétant ce mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

**7** Expression des résultats

**7.1** Lire la teneur en zinc de la solution d'essai directement sur la courbe d'étalonnage.

La teneur en zinc de la solution d'essai, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{M_t - M_b}{m} \times 100 \times f \quad 10^4$$

où

$M_t$  est la teneur en zinc, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai (6.2.2), lue sur la courbe d'étalonnage;

$M_b$  est la teneur en zinc, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai à blanc (6.4.3), lue sur la courbe d'étalonnage;

$m$  est la masse, en microgrammes, de la prise d'essai;

$f$  est le facteur de dilution, si nécessaire (voir 6.4.2), de la solution d'essai :

$$f = \frac{100}{n}$$

où

$n$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'essai diluée en 6.4.2.

NOTE — Pour exprimer la teneur en zinc en teneur en oxyde de zinc, multiplier le résultat par 1,245.

**7.2** En variante, à condition que l'absorption de la solution d'essai soit dans les limites de la partie rectiligne de la courbe d'étalonnage, la teneur en zinc, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{M_t - M_b}{100 \times m} \times f$$

où

$M_t$  est la teneur en zinc, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai :

$$M_t = \frac{A_t \times M_n}{A_n}$$

$M_b$  est la teneur en zinc, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai à blanc :

$$M_b = \frac{A_b \times M_n}{A_n}$$

$A_t$  est l'absorbance de la solution d'essai;

$A_b$  est l'absorbance de la solution d'essai à blanc;

$A_n$  est l'absorbance de la solution étalon de comparaison ayant la teneur en zinc la plus voisine de celle de la solution d'essai;

$M_n$  est la teneur en zinc, en microgrammes par centimètre cube, de la solution étalon de comparaison ayant l'absorbance la plus voisine de celle de la solution d'essai;

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

$f$  est le facteur de dilution, si nécessaire (voir 6.4.2), de la solution d'essai :

$$f = \frac{100}{n}$$

où

$n$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'essai diluée en 6.4.2.

**7.3** Noter le résultat arrondi à deux décimales.

## 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- le type et l'identification du produit <sup>soumis à l'essai</sup> ~~essaye~~;
- la référence de la présente partie de l'ISO 6101;
- la méthode <sup>de calcination</sup> ~~de calcination~~ et la méthode de dissolution <sup>utilisées</sup> ~~utilisées~~;
- le résultat obtenu et le mode d'expression utilisé;
- toutes les particularités <sup>notées au cours de la détermination</sup> ~~notées au cours de la détermination~~;  <sup>inhabituelles</sup>
- toutes opérations non <sup>prises</sup> ~~prises~~ dans la présente partie de l'ISO 6101 qui pourraient <sup>avoir eu une influence sur les résultats</sup> ~~avoir eu une influence sur les résultats~~. <sup>prévues</sup>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6101-1:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3809d7b4-b1fc-4da9-a650-4ef309a00949/iso-6101-1-1981>