

NORME INTERNATIONALE

ISO
6101-1

Deuxième édition
1991-10-15

Caoutchouc — Dosage du métal par spectrométrie d'absorption atomique —

Partie 1: Dosage du zinc

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber — Determination of metal content by atomic absorption
spectrometry —
Part 1: Determination of zinc content*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86a50c09-074c-4ecd-8e9c->



Numéro de référence
ISO 6101-1:1991(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6101-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6101-1:1981), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 6101 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc — Dosage du métal par spectrométrie d'absorption atomique*:

- *Partie 1: Dosage du zinc*
- *Partie 2: Dosage du plomb*
- *Partie 3: Dosage du cuivre*
- *Partie 4: Dosage du manganèse*
- *Partie 5: Dosage du fer*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 6101.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Caoutchouc — Dosage du métal par spectrométrie d'absorption atomique —

Partie 1: Dosage du zinc

1 Domaine d'application

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

La méthode est applicable aux caoutchoucs bruts ainsi qu'aux produits en caoutchouc dont la teneur en zinc est d'au minimum 0,05 % (*m/m*). Des teneurs en zinc en dessous de cette limite peuvent être déterminées, à condition de modifier de manière appropriée la masse de la prise d'essai et/ou les concentrations des solutions utilisées. L'emploi de la méthode des ajouts dosés permet également d'abaisser la limite inférieure de détection.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 6101. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6101 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 123:1985, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*.

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*.

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

ISO 1772:1975, *Creusets de laboratoire en porcelaine et en silice*.

ISO 1795:—¹⁾, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Règles d'échantillonnage et de préparation ultérieure (Combinaison et révision de l'ISO 1795:1974 et de l'ISO 1796:1982, incorporant l'ISO/TR 2630:1978)*.

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

3 Principe

Une prise d'essai est calcinée à $550 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$ conformément à l'ISO 247, méthode A ou B. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique. La solution obtenue est aspirée dans un spectromètre d'absorption atomique et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 213,8 nm, en utilisant une lampe à cathode creuse au zinc comme source d'émission du zinc. Les silicates éventuellement présents sont volatilisés par l'acide sulfurique et l'acide fluorhydrique.

NOTE 1 L'ISO 6955:1982, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire*, définit les termes de spectrométrie utilisés dans la présente partie de l'ISO 6101.

1) À publier. (Révision de l'ISO 1795:1974)

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité doivent être observées lorsqu'on procède conformément aux prescriptions de la présente partie de l'ISO 6101.

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

4.1 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84 \text{ Mg/m}^3$.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,18 \text{ Mg/m}^3$.

4.3 Acide chlorhydrique, solutions.

4.3.1 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 2.

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

4.3.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 100.

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

4.4 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,13 \text{ Mg/m}^3$, 38 % (m/m) à 40 % (m/m).

4.5 Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,42 \text{ Mg/m}^3$.

4.6 Zinc, solution étalon mère correspondant à 1 g de Zn par décimètre cube.

Utiliser une solution étalon de zinc du commerce ou la préparer de la façon suivante.

Peser, à 0,1 mg près, 1 g de poudre de zinc pur (pureté minimale 99,9 %) et dissoudre dans une quantité minimale d'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1). Laisser refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 1000 cm³ (5.5). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 100 (4.3.2) et bien mélanger.

1 cm³ de cette solution étalon mère contient 1000 µg de Zn.

4.7 Zinc, solution étalon correspondant à 10 mg de Zn par décimètre cube.

Introduire soigneusement, à l'aide d'une pipette à un trait (5.6), 10 cm³ de la solution étalon mère de zinc (4.6) dans une fiole jaugée à un trait de

1000 cm³ (5.5), compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 2 (4.3.1) et bien mélanger.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

1 cm³ de cette solution étalon contient 10 µg de Zn.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté à l'acétylène et à l'air comprimé respectivement à au moins 60 kPa et 300 kPa, ainsi que d'une lampe à cathode creuse au zinc comme source d'émission du zinc. L'appareil doit être utilisé conformément aux instructions du fabricant pour obtenir la performance optimale.

On peut utiliser, en variante, un **dispositif d'atomisation électrothermique** (four à graphite). Il doit être utilisé par une personne compétente conformément aux instructions du fabricant pour obtenir la performance optimale, en utilisant la solution d'essai préparée en 7.2.

5.2 Balance précise à 0,1 mg.

5.3 Four à moufle, réglable à 550 °C ± 25 °C.

5.4 Bécher de 250 cm³ de capacité.

5.5 Fioles jaugées à un trait, munies de bouchons en verre, de 50 cm³, 100 cm³, 200 cm³, 500 cm³ et 1000 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042, classe A.

5.6 Pipettes à un trait, de 5 cm³, 10 cm³, 20 cm³ et 50 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, classe A.

5.7 Entonnoir filtrant, de 65 mm de diamètre et de 60° d'angle, muni d'un disque en verre fritté de porosité P 40 (dimension de pore 16 µm à 40 µm; voir ISO 4793).

5.8 Creuset en silice ou en porcelaine, de 50 cm³ de capacité, conforme aux prescriptions de l'ISO 1772.

5.9 Creuset en platine, de 50 cm³ de capacité.

5.10 Tige en platine, utilisée comme agitateur.

5.11 Papier filtre, sans cendres, résistant aux acides ou en fibre de verre, de 110 mm de diamètre.

5.12 Plaque chauffante, électrique, ou bain de sable chauffé par brûleur à gaz.

5.13 Fiole conique, de 250 cm³ de capacité.

6 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage de la façon suivante:

- caoutchouc brut, conformément à l'ISO 1795;
- latex, conformément à l'ISO 123;
- produits, pour que l'échantillon soit représentatif de la totalité du lot.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

7.1.1 Si la calcination doit être effectuée conformément à 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 un creuset approprié (5.8 ou 5.9).

7.1.2 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 cm³ (5.13).

7.2 Préparation de la solution d'essai

7.2.1 Destruction des matières organiques

7.2.1.1 Procéder à la calcination de la prise d'essai (7.1.1) conformément à la méthode A ou à la méthode B de l'ISO 247, dans le four à moufle (5.3) réglé à 550 °C ± 25 °C. Il n'est pas nécessaire de peser les cendres.

7.2.1.2 Si le caoutchouc contient des composés halogénés, procéder à la destruction des matières organiques de la prise d'essai (7.1.2) de la façon suivante.

Ajouter, à la prise d'essai (7.1.2), 10 cm³ à 15 cm³ d'acide sulfurique (4.1) et chauffer modérément jusqu'à décomposition de la prise d'essai. Ajouter prudemment 5 cm³ d'acide nitrique (4.5). Poursuivre

le chauffage 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.

7.2.2 Dissolution du résidu inorganique

7.2.2.1 Ajouter prudemment 20 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1) au résidu. (Les carbonates produisent des projections et des mousses.)

Transférer la solution et le résidu dans le bécher (5.4), avec 50 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1), et chauffer durant 30 min.

Si le résidu est complètement dissous, transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 100 cm³ (5.5) et compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1), puis procéder conformément à 7.4.

7.2.2.2 Si les cendres ne sont pas totalement dissoutes en suivant le processus décrit en 7.2.2.1, répéter la calcination conformément à 7.2.1.1 ou à 7.2.1.2, en utilisant une nouvelle prise d'essai et en procédant de la façon suivante.

Transférer les cendres de la nouvelle prise d'essai dans le creuset en platine (5.9). Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (4.1) et chauffer jusqu'à émission de fumées. Refroidir et ajouter 3 autres gouttes d'acide sulfurique (4.1) et 5 cm³ d'acide fluorhydrique (4.4). Chauffer sur la plaque chauffante électrique ou le bain de sable (5.12) sous une hotte à fumées et évaporer jusqu'à siccité en remuant avec la tige en platine (5.10). Répéter cette digestion avec les mêmes quantités d'acide sulfurique et d'acide fluorhydrique, deux fois encore.

Refroidir et ajouter 50 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1) et filtrer sur l'entonnoir (5.7). Laver le papier filtre (5.11) avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1) et rassembler le filtrat et les liquides de lavage dans une fiole jaugée à un trait de 100 cm³ (5.5). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1) et bien mélanger. Procéder conformément à 7.4.

7.2.2.3 Les solutions d'essai devraient contenir environ 12 % d'acide chlorhydrique. Si l'évaporation ou une réaction avec les carbonates, etc., a réduit ou augmenté cette concentration, l'ajuster en conséquence en ajoutant de l'acide chlorhydrique concentré (4.2) ou de l'eau.

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

7.3.1.1 Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 100 cm³ (5.5), introduire, à l'aide de pipettes à un trait (5.6), les volumes de la solution étalon de zinc (4.7) indiqués dans le tableau 1, compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.3.1) et bien mélanger.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon de zinc (4.7) cm ³	Masse de zinc contenue dans 1 cm ³ µg
50	5
20	2
10	1
5	0,5
0	0

7.3.1.2 Préparer chaque jour les solutions d'étalonnage (7.3.1.1).

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre en marche le spectromètre (5.1) assez longtemps à l'avance afin d'assurer la stabilisation. La lampe à cathode creuse au zinc étant orientée de manière appropriée, régler la longueur d'onde à 213,8 nm et la sensibilité ainsi que l'ouverture de la fente conformément aux caractéristiques de l'appareil.

Régler les pressions et les débits de l'air et de l'acétylène conformément aux instructions du fabricant, de manière à obtenir une flamme oxydante d'un bleu clair non lumineux, appropriée aux caractéristiques du spectromètre particulier utilisé.

Aspirer la série de solutions d'étalonnage (7.3.1.1) successivement dans la flamme, mesurer l'absorbance de chaque solution deux fois et faire la moyenne des lectures. Veiller à ce que la vitesse d'aspiration demeure constante au cours de cette opération. S'assurer qu'au moins une des solutions d'étalonnage corresponde au niveau de la concentration de zinc dans la solution d'essai ou lui soit inférieure.

Aspirer de l'eau par le brûleur après chaque mesurage.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, par exemple, les masses, en microgrammes, de zinc contenues dans 1 cm³ des solutions d'étalonnage en abscisses, et les valeurs correspondantes d'absorbance, corrigées d'après l'absorbance du terme zéro de la

gamme des solutions d'étalonnage (7.3.1.1), en ordonnées. Représenter les points sur la courbe par la meilleure ligne droite appréciée visuellement ou calculée selon les moindres carrés.

7.4 Dosage

7.4.1 Mesurages spectrométriques

Effectuer en double les mesurages spectrométriques à une longueur d'onde de 213,8 nm sur la solution d'essai (7.2.2) en suivant le mode opératoire prescrit en 7.3.2.

7.4.2 Dilution

Si la réponse de l'appareil pour la solution d'essai est plus élevée que celle que l'on trouve pour la solution d'étalonnage présentant la concentration de zinc la plus élevée (voir 7.3.1.1), diluer, s'il y a lieu, avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1), de la façon suivante.

Introduire soigneusement, à l'aide d'une pipette graduée, un volume V , en centimètres cubes, de la solution d'essai (7.2.2) dans une fiole jaugée à un trait de 100 cm³ (5.5), de manière que la concentration de zinc se situe dans la gamme couverte par les solutions d'étalonnage. Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1). Procéder au mesurage spectrométrique conformément à 7.4.1.

NOTE 2 Pour accroître la fiabilité de la méthode d'essai, on peut utiliser la méthode des ajouts dosés (voir annexe A).

7.4.3 Essai à blanc

Procéder à un essai à blanc en parallèle avec le dosage, en utilisant l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.3.1), mais en omettant la prise d'essai.

Si l'acide sulfurique et l'acide fluorhydrique ont été utilisés pour la préparation de la solution d'essai, les mêmes quantités de ces acides doivent être utilisées pour la préparation de la solution d'essai à blanc.

8 Expression des résultats

8.1 Lire la concentration de zinc dans la solution d'essai directement sur la courbe d'étalonnage (7.3.3).

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

$$\frac{e(\text{Zn}) - e(\text{Zn})_b}{m} \times 100 \times f$$

où

$\rho(\text{Zn})$ est la concentration de zinc, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'essai (7.2.2), lue sur la courbe d'étalonnage;

$\rho(\text{Zn})_b$ est la concentration de zinc, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'essai à blanc (7.4.3), lue sur la courbe d'étalonnage;

m est la masse, en microgrammes, de la prise d'essai (7.1);

f est le facteur de dilution, le cas échéant (voir 7.4.2), de la solution d'essai

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

V étant le volume, en centimètres cubes, de la solution d'essai pipetté en 7.4.2.

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

8.2 En variante, à condition que l'absorbance 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

$$\frac{\rho(\text{Zn}) - \rho(\text{Zn})_b}{100 \times m} \times f$$

où

$\rho(\text{Zn})$ est la concentration de zinc, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'essai:

$$\rho(\text{Zn}) = \frac{A_t \times \rho(\text{Zn})_n}{A_n}$$

$\rho(\text{Zn})_b$ est la concentration de zinc, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'essai à blanc:

$$\rho(\text{Zn})_b = \frac{A_b \times \rho(\text{Zn})_n}{A_n}$$

A_t étant l'absorbance de la solution d'essai;

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

A_n étant l'absorbance de la solution d'étalonnage présentant

la concentration de zinc la plus voisine de celle dans la solution d'essai;

$\rho(\text{Zn})_n$ étant la concentration de zinc, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'étalonnage présentant l'absorbance la plus voisine de celle de la solution d'essai;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

f est le facteur de dilution, le cas échéant (voir 7.4.2), de la solution d'essai:

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

V étant le volume, en centimètres cubes, de la solution d'essai pipetté en 7.4.2.

8.3 Procéder à deux dosages en utilisant des prises d'essai séparées prélevées sur le même échantillon homogénéisé. Un résultat d'essai est constitué par la moyenne de deux dosages acceptables arrondie à la deuxième décimale lorsque les teneurs sont exprimées en pourcentage en masse, et au nombre entier le plus proche lorsque les teneurs sont exprimées en milligrammes par kilogramme.

8.4 Indiquer la teneur en zinc en pourcentage en masse, si elle est supérieure ou égale à 0,1 % (m/m), ou en milligrammes par kilogramme si elle est inférieure à 0,1 % (m/m).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- le type et l'identification du produit essayé;
- la méthode d'échantillonnage;
- la référence à la présente partie de l'ISO 6101;
- la méthode de calcination et la méthode de dissolution utilisées;
- le type d'appareil utilisé (spectromètre à flamme ou four à graphite);
- les résultats obtenus et le mode d'expression utilisé;
- tout fait inhabituel noté au cours de la détermination;

h) toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 6101 ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, sus-

ceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-1:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/86a50c09-074c-4ecd-8e9c-aeb316674890/iso-6101-1-1991>

Annexe A (normative)

Méthode des ajouts dosés

La méthode des ajouts dosés fournit à l'analyste un moyen très efficace d'augmenter la fiabilité et la précision d'une analyse par absorption atomique.

On l'utilise lorsque les échantillons contiennent des concentrations inconnues des matériaux matriciels, qu'il est difficile de reproduire dans des essais à blanc ou bien dans les cas où l'analyste désire accroître la précision de la détermination.

On peut trouver la méthode des ajouts dosés dans n'importe quel manuel courant d'absorption atomique et cette méthode est généralement décrite dans les manuels destinés aux utilisateurs qui sont équipés de spectromètres d'absorption atomique.

L'exemple suivant donnera une idée de la méthode.

Effectuer quatre prélèvements de la même importance d'une solution d'essai préparée comme décrit en 7.2. À chacun de trois de ces prélèvements d'essai, ajouter un volume connu d'une solution étalon de zinc (voir 7.3.1.1). Amener les volumes au même total pour tous les quatre. Utiliser les concentrations qui entrent dans les limites de la partie linéaire de la courbe d'étalonnage.

Mesurer l'absorbance de chacune des quatre solutions ainsi obtenues.

Indiquer l'absorbance sur l'axe des y et la concentration, en microgrammes de zinc par centimètre cube de solution, sur l'axe des x .

Extrapoler la ligne droite de manière à couper l'axe des x à l'absorbance zéro. À ce point, lire la

concentration de zinc dans la solution d'essai. Un exemple est donné à la figure A.1.

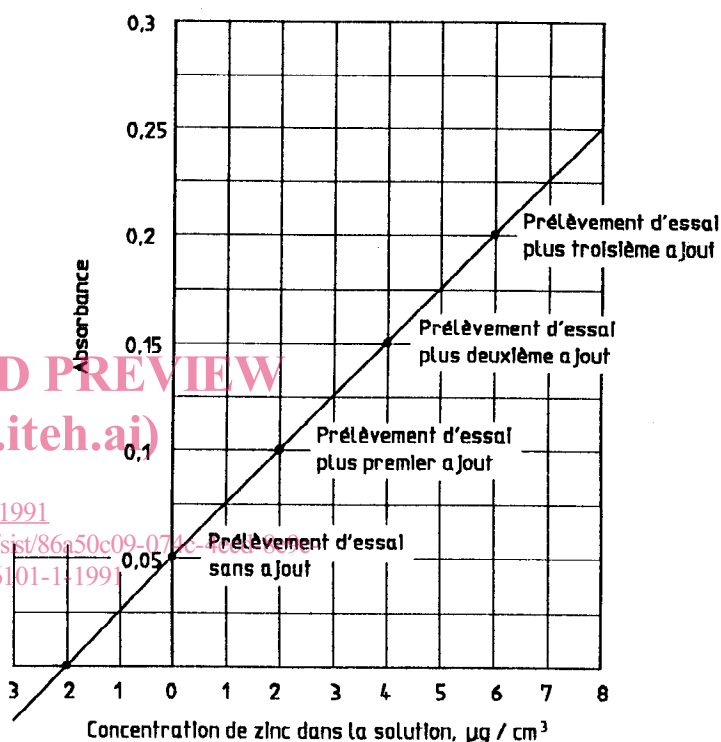


Figure A.1 — Exemple de courbe obtenue en utilisant la méthode des ajouts dosés