NORME INTERNATIONALE

ISO 6101-5

Première édition
1990-10-01

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

Partie 5: Dosage du fer

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Rubber — Determination of metal content by atomic absorption spectrometry —
Part 5: Determination of iron content

ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8e7ed/iso-6101-5-1990

Numéro de référence
ISO 6101-5:1990(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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6101-5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

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*

© ISO 1990
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 5:
Dosage du fer

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6101 prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour la détermination de la teneur en fer dans les caoutchoucs.

Elle est applicable au caoutchouc brut, aux produits de caoutchouc et aux latex dont les teneurs en fer sont comprises entre 5,0 mg/kg et 1 000 mg/kg. Des concentrations supérieures peuvent être déterminées, dans la mesure où des modifications appropriées sont apportées à la masse de la prise d'essai et à la concentration des solutions utilisées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8c9c3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8c/cd/iso-6101-5-1990

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 247:1978, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

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

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

ISO 1796:1982, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

3 Principe

Une prise d'essai est calcinée à 550 °C ± 25 °C conformément à l'ISO 247, méthode A ou B. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique. S'il y a présence de silicates, ceux-ci sont décomposés par un mélange d'acide sulfurique et d'acide fluorhydrique pour les éliminer.

La solution obtenue est aspirée dans un spectromètre d'absorption atomique. L'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 248,3 nm pour des concentrations allant jusqu'à 10 mg/kg ou 0,001 % (*m*/*m*), et à une longueur d'onde de 372,0 nm pour des concentrations comprises entre 10 mg/kg et 1 000 mg/kg ou 0,001 % (*m*/*m*) à 0,1 % (*m*/*m*).

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.

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 contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analyti-

que reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide sulfurique, ρ = 1,84 Mg/m³.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ = 1,19 Mg/m³.

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 3.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (4.2) avec 3 volumes d'eau.

4.4 Acide fluorhydrique, ρ = 1,13 Mg/m³, 38 % (*m*/*m*) à 40 % (*m*/*m*).

4.5 Acide nitrique, ρ = 1,42 Mg/m³.

4.6 Fer, solution étalon correspondant à 1 g de Fe par décimètre cube.

Utiliser des solutions de fer étalon du commerce ou les préparer comme suit:

Broyer du fer métallique, de pureté supérieure à 99 % (*m*/*m*). Peser 1 g à 0,01 mg près dans la fiole conique de 250 cm³ (5.11) et le dissoudre dans un mélange composé de 100 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et de 10 ml d'acide nitrique (4.5). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 cm³ (5.4). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et bien mélanger.

1 cm³ de cette solution étalon contient 1 000 µg de Fe.

5 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire et l'appareillage suivant, en s'assurant que tous les appareils et l'équipement de laboratoire sont non ferreux.

5.1 Balance, précise à 0,01 mg.

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

5.3 Bécher, de 250 cm³ de capacité.

5.4 Fioles jaugées à un trait, munies de bouchons en verre, de 50 cm³, 100 cm³, 200 cm³, 500 cm³ et 1 000 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042, classe A.

5.5 Entonnoir filtrant.

5.6 Creuset en silice ou en porcelaine, de 150 cm³ de capacité.

5.7 Creuset en platine, de 50 cm³ à 150 cm³ de capacité.

5.8 Tige en platine, utilisée comme agitateur.

5.9 Papier filtre, sans cendres, de 150 mm de diamètre.

5.10 Plaque chauffante électrique, ou **brûleur à gaz** avec **bain-marie**.

5.11 Fiole conique, de 250 cm³ de capacité.

5.12 Spectromètre d'absorption atomique, pourvu d'un tube cathodique creux pouvant émettre des radiations aux longueurs d'onde requises et d'un brûleur alimenté à l'acétylène et à l'air comprimé. Une lampe à haute brillance est recommandée. L'appareil doit être manipulé conformément aux instructions du constructeur, pour en assurer le fonctionnement optimal.

On peut également utiliser un dispositif d'atomisation électrothermique (four à graphite). Il doit être manipulé par une personne compétente conformément aux instructions du constructeur, pour en assurer le fonctionnement optimal.

5.13 Pipettes à un trait, de 5 cm³, 10 cm³, 20 cm³, 50 cm³ et 100 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, classe A.

5.14 Verres de montre, pour recouvrir les creusets (5.6 et 5.7).

5.15 Bain d'eau chauffé.

6 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage de la façon suivante:

— caoutchouc brut, conformément à l'ISO 1796;

— latex, conformément à l'ISO 123;

— produits, pour être représentatif de la totalité de l'échantillon.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la prise d'essai

7.1.1 Rincer la prise d'essai à l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) pour éliminer toute contamination de la surface, puis rincer à l'eau et laisser sécher dans un dessiccateur.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-99a7c-12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

7.1.2 Peser, à 0,1 mg près, 1,0 g de caoutchouc broyé ou découpé, dans un creuset (5.6 ou 5.7) en utilisant un instrument tranchant non ferreux. Si la teneur en fer est d'environ 5 mg/kg, il peut s'avérer nécessaire de porter la masse de la prise d'essai à 5 g maximum pour obtenir des absorbances fiables.

7.1.3 Si le caoutchouc contient des silicates, procéder conformément à 7.1.2, mais utiliser le creuset en platine (5.7).

7.2 Préparation de la solution d'essai

7.2.1 Destruction des matières inorganiques

Procéder à la calcination conformément à l'ISO 247, méthode A ou B, dans le four à moufle (5.2) réglé à 550 °C ± 25 °C. Si les cendres sont noires, ce qui est causé par de petites quantités de noir de carbone, remuer doucement avec la tige en platine (5.8) et poursuivre le chauffage.

7.2.2 Dissolution du résidu inorganique

Après calcination, laisser le creuset et son contenu refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter avec précaution 20 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) sur les cendres et chauffer durant 30 min dans le bain d'eau (5.15). Couvrir avec un verre de montre (5.14) pour éviter les pertes, les carbonates produisant des éclaboussures et de l'écume.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

Transvaser la solution et le résidu dans le bécher (5.3) avec 50 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et chauffer durant 30 min.

Si le résidu se dissout complètement, transvaser dans une fiole jaugée de 100 cm³ (5.4). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et poursuivre conformément à 7.4.

Si les cendres ne se dissolvent pas complètement, c'est-à-dire s'il y a présence de silicates, faire calciner une nouvelle prise d'essai conformément à 7.1.3 et 7.2.1. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (4.1) et chauffer jusqu'à ce que le mélange fume. Refroidir et ajouter 3 autres gouttes d'acide sulfurique et 5 cm³ d'acide fluorhydrique (4.4). Chauffer sur la plaque chauffante ou sur le bain-marie (5.10) sous une hotte à fumée et faire évaporer jusqu'à siccité tout en remuant avec la tige en platine (5.8). Répéter l'opération deux fois.

Refroidir et ajouter 50 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3). Couvrir avec un verre de montre (5.14) et chauffer durant 10 min. Filtrer et rincer le papier filtre (5.9) avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3). Puis verser le filtrat et la solution de rinçage dans une fiole jaugée de 100 cm³ (5.4). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et bien mélanger. Poursuivre conformément à 7.4.

7.3 Établissement des courbes d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

7.3.1.1 Solution mère d'étalonnage

Transférer avec précaution, à l'aide d'une pipette (5.13), 10 cm³ de la solution étalon (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 cm³ (5.4) et compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3).

1 cm³ de cette solution mère d'étalonnage contient 10 µg de Fe.

7.3.1.2 Solutions d'étalonnage

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 cm³ (5.4), verser les volumes de solution mère d'étalonnage (7.3.1.1) indiqués dans le tableau 1, compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et bien mélanger.

Tableau 1 — Volume de la solution mère d'étalonnage et concentration correspondante de fer

Volume de la solution mère d'étalonnage (7.3.1.1) cm³	Concentration correspondante de Fe µg/100 cm³
100	1 000
50	500
20	200
10	100
5	50
2[1)]	20[1)]
1[1)]	10[1)]
0[2)]	0

1) Seulement si la sensibilité du spectromètre est suffisamment grande pour permettre des résultats précis.

2) Solution à blanc pour l'étalonnage.

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre en marche le spectromètre (5.12) suffisamment tôt pour qu'il se stabilise. Régler la longueur d'onde à 248,3 nm ou 372,0 nm, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente en fonction des caractéristiques de l'appareil.

Régler la pression de l'air et de l'acétylène en fonction des caractéristiques de l'aspirateur-brûleur afin d'obtenir une flamme claire et réductrice.

Régler le débit en fonction des caractéristiques de l'appareil.

Aspirer successivement les sept solutions d'étalonnage (7.3.1.2) dans la flamme et mesurer l'absorbance de chaque solution deux fois en faisant la moyenne des lectures. Veiller à ce que la vitesse d'aspiration reste constante de bout en bout. S'assurer qu'au moins une solution d'étalonnage a une teneur en fer identique ou juste inférieure à celle du caoutchouc en essai.

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

7.3.3 Tracé des courbes d'étalonnage

Tracer deux courbes (une pour chaque gamme de concentrations) en portant par exemple les masses, en microgrammes, de fer contenues dans 100 cm³ de solution d'étalonnage en abscisse, à partir de

a) 10 µg/100 cm³ à 100 µg/100 cm³ pour 248,2 nm,

b) 100 µg/100 cm³ à 1 000 µg/100 cm³ pour 372,0 nm,

et les valeurs correspondantes d'absorbance, corrigées de l'absorbance de la solution à blanc pour l'étalonnage (voir tableau 1), en ordonnée.

Représenter les points sur chaque courbe par la meilleure ligne droite appréciée visuellement ou calculée selon les moindres carrés.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8[illegible]
12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

7.4 Détermination

7.4.1 Mesurages spectrométriques

Effectuer deux mesurages par spectrométrie pour une longueur d'onde de 248,3 nm ou 372,0 nm avec la solution d'essai (7.2.2) en suivant la méthode prescrite en 7.3.2.

7.4.2 Dilution

Si la réponse de l'appareil pour la solution d'essai est supérieure à celle obtenue pour la solution d'étalonnage ayant la concentration de fer la plus élevée (voir tableau 1), diluer, s'il y a lieu, avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) conformément au mode opératoire suivant.

Transférer avec précaution, à l'aide d'une pipette (5.13), un volume de la solution d'essai (7.2.2) dans une fiole jaugée de 100 cm³ (5.4) afin que la concentration de fer soit comprise dans la gamme couverte par les solutions d'étalonnage. Compléter jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3). Mesurer à nouveau l'absorbance.

7.4.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, parallèlement à la détermination en utilisant l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3), mais en omettant la prise d'essai.

Si l'on utilise de l'acide sulfurique et de l'acide chlorhydrique pour la préparation de la prise d'essai, on doit utiliser les mêmes quantités de ces acides pour la préparation de la solution d'essai à blanc.

8 Expression des résultats

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

La teneur en fer, exprimée en parties par million en masse, de la prise d'essai est donnée par la formule

$$\frac{\rho_{Fe,t} - \rho_{Fe,b}}{100m} \times f \times 10^4$$

où

$\rho_{Fe,t}$ est la concentration de fer, en microgrammes pour 100 cm³, dans la solution d'essai (7.2.2), lue sur la courbe d'étalonnage;

$\rho_{Fe,b}$ est la concentration de fer, en microgrammes pour 100 cm³, dans la solution d'essai à blanc (7.4.3), lue sur la courbe d'étalonnage;

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

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.

8.2 Noter les résultats avec trois chiffres significatifs en partie par million en masse si le résultat est inférieur à 1 000 ppm et en pourcentage en masse si le résultat est supérieur à 1 000 ppm. Noter les résultats inférieurs à 5 ppm comme «inférieur à 5 ppm».

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) le type et l'identification du produit essayé;

b) la méthode d'échantillonnage;

c) la référence à la présente partie de l'ISO 6101;

d) la méthode de calcination et la méthode de dissolution utilisées;

e) le type d'appareil utilisé;

f) les résultats obtenus et le mode d'expression utilisé;

g) 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, susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-5:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aec8d2e3-a6b4-4b7d-9ba7-12d1a1e8c7cd/iso-6101-5-1990

CDU 678.4:543.222:546.72

Descripteurs: caoutchouc, méthode spectrochimique, dosage, fer, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages