
**Caoutchouc — Détermination de la teneur
en métal par spectrométrie d'absorption
atomique —**

**Partie 2:
Dosage du plomb**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber — Determination of metal content by atomic absorption
spectrometry —*

Part 2: Determination of lead content

ISO 6101-2:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ba199f-bdcc-4836-a932-1d3d8325e9d9/iso-6101-2-1997>



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 6101-2 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 6101-2:1986), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 6101 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc — Détermination de la teneur en 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 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Caoutchouc — Détermination de la teneur en métal par spectrométrie d'absorption atomique —

Partie 2: Dosage du plomb

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 6101 doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente partie de l'ISO 6101 n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

ISO 6101-2:1997

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

La méthode est applicable aux caoutchoucs bruts ainsi qu'aux produits en caoutchouc. Il n'est pas fixé de limite à la concentration en plomb qui peut être déterminée. Des concentrations élevées ou faibles peuvent être déterminées, à condition de modifier de manière appropriée la masse de la prise d'essai et/ou la concentration des solutions utilisées. L'emploi de la méthode par ajouts dosés permet 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 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

3 Principe

Si le caoutchouc ne contient pas de composés halogénés, une prise d'essai est directement calcinée à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ conformément à l'ISO 247:1990, méthode A. Si le caoutchouc contient des composés halogénés, une prise d'essai est d'abord minéralisée à l'aide d'acide sulfurique et d'acide nitrique, puis les acides sont éliminés par évaporation et la prise est calcinée à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

NOTE — La présence de quantités même faibles d'halogènes peut entraîner la perte de sels de plomb volatiles au cours de la calcination à sec.

Les cendres obtenues à ébullition dans une solution d'acétate d'ammonium afin de dissoudre le plomb. Les silicates de plomb insolubles, s'il y en a, sont transformés en chlorures par ébullition avec un mélange d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique et de peroxyde d'hydrogène.

La solution est aspirée dans un spectromètre d'absorption atomique et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 283,3 nm, en utilisant une lampe à cathode creuse au plomb comme source d'émission du plomb.

NOTE — 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

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 nitrique, $\rho_{20} = 1,40\text{ Mg/m}^3$.

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

4.4 Acide chlorhydrique, dilué 1+2

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (4.3) avec 2 volumes d'eau.

4.5 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

4.6 Acétate d'ammonium, solution à 180 g/dm³.

4.7 Plomb, solution étalon mère contenant 1 g de Pb par décimètre cube.

Soit utiliser une solution étalon de plomb disponible dans le commerce, soit la préparer de la façon suivante:

Peser, à 0,1 mg près, 1 g de plomb métallique (pureté 99,95 %) et transférer dans le bécher de 100 cm³ (5.12). Ajouter 30 cm³ d'eau et 20 cm³ d'acide nitrique (4.2) et faire bouillir sur le bain de sable (5.10). Si le plomb est dissous, poursuivre jusqu'à réduction du volume de la solution à 20 cm³ ou moins. On ne doit pas observer d'oxydes d'azote. Dans le cas contraire, ajouter de l'eau et poursuivre l'ébullition. Transvaser une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ (voir 5.7) et diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4).

1 cm³ de cette solution étalon mère contient 1 mg de Pb.

4.8 Plomb, solution étalon contenant 10 mg de Pb par décimètre cube.

Introduire soigneusement, à l'aide d'une pipette (voir 5.9), 10 cm³ de la solution étalon de plomb (4.7) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ (voir 5.7), diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4) et bien mélanger.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

On peut utiliser éventuellement un **appareil à atomisation électrothermique (four à graphite)**. Il doit être utilisé par une personne compétente conformément aux instructions du fabricant pour obtenir la performance optimale, pendant le séchage, la calcination et la volatilisation de la prise d'essai.

5.2 Balance, précise à 0,1 mg près.

5.3 Four à moufle, réglable à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

5.4 Capsule à évaporation, d'environ 100 cm³ de capacité, en verre de quartz, munie d'un couvercle en verre de montre.

5.5 Fiole conique, de 250 cm³ de capacité, en verre au silicium ou en verre borosilicaté.

5.6 Éprouvette graduée, de 25 cm³ de capacité, graduée tous les 0,5 cm³.

5.7 Fioles jaugées à un trait, avec 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.

5.8 Entonnoir à filtration, de 65 mm de diamètre, angle 60°.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60ba199f-bdcc-4836-a932-1d3d8325e9d9/iso-6101-2-1997>

5.9 Pipettes jaugées, de 5 cm³, 10 cm³, 20 cm³ et 50 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, classe A.

5.10 Plaque chauffante électrique, ou **bain de sable chauffé**.

5.11 Bain d'eau bouillante.

5.12 Bécher, de 100 cm³ de capacité.

5.13 Creuset, en platine, d'une capacité de 50 cm³ à 150 cm³ suivant l'importance de la prise d'essai.

5.14 Creuset, en silice ou en verre borosilicaté, d'une capacité de 50 cm³ à 150 cm³ suivant l'importance de la prise d'essai, conforme aux prescriptions de l'ISO 1772.

6 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage de la façon suivante:

pour un caoutchouc brut, conformément à l'ISO 1795;

pour un latex, conformément à l'ISO 123;

pour des produits, de manière que l'échantillon soit représentatif de la totalité du lot.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

7.1.1 Si le caoutchouc ne contient pas de composés halogénés, peser à 0,1 mg près, 0,5 g à 2,0 g (suivant la teneur présumée en plomb) de caoutchouc broyé ou finement haché dans le creuset (5.13 ou 5.14).

NOTE — Il est conseillé d'effectuer l'essai Beilstein sur une prise d'essai préliminaire pour la teneur en halogènes, car des composés volatils du plomb peuvent se former en présence de mélanges contenant des halogènes.

7.1.2 Si le caoutchouc contient des composés halogénés (par exemple le caoutchouc chloroprène), peser à 0,1 mg près, 0,5 g à 2,0 g (suivant la teneur présumée en plomb) de caoutchouc broyé ou finement haché dans la fiole conique (5.5).

7.2 Préparation de la solution d'essai

7.2.1 Destruction de la matière organique

7.2.1.1 Si le caoutchouc ne contient pas de composés halogénés, procéder à la calcination de la prise d'essai (7.1.1) conformément à la méthode A de l'ISO 247:1990.

7.2.1.2 Si le caoutchouc contient des composés halogènes (voir 7.1.2), utiliser l'autre technique suivante:

Ajouter 10 cm³ à 15 cm³ d'acide sulfurique (4.1) dans la fiole contenant la prise d'essai et chauffer modérément sur la plaque chauffante électrique ou sur le bain de sable placé sur un brûleur à gaz (5.10) jusqu'à désintégration du caoutchouc. Ajouter soigneusement 5 cm³ d'acide nitrique (4.2). Poursuivre le chauffage jusqu'à décomposition complète du caoutchouc et dégagement de fumées blanches.

Certaines formules de mélange de caoutchouc produisent beaucoup d'éclaboussures; dans ce cas, utiliser une fiole conique plus grande.

Transférer quantitativement le mélange réactionnel dans la capsule à évaporation (5.4), laisser évaporer jusqu'à siccité et calciner dans le four à moufle (5.3), réglé à 550 °C ± 25 °C, jusqu'à élimination de tout le carbone par combustion.

7.2.2 Dissolution du résidu inorganique

Après refroidissement, faire bouillir le résidu obtenu en 7.2.1.1 ou 7.2.1.2 avec 15 cm³ de la solution d'acétate d'ammonium (4.6) et filtrer sur papier filtre. Conserver ce filtrat (A) et calciner le filtre avec le résidu dans le four à moufle (5.3), maintenu à 550 °C ± 25 °C, jusqu'à élimination de tout le carbone par combustion.

Laisser refroidir jusqu'à température ambiante, ajouter un mélange de 10 cm³ d'acide chlorhydrique (4.3), 5 cm³ d'acide nitrique (4.2) et 10 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.5), puis faire bouillir pendant environ 10 min.

Refroidir et filtrer le mélange réactionnel. Évaporer le filtrat sur le bain d'eau bouillante (5.11) jusqu'à siccité, recueillir le résidu avec de l'eau et l'ajouter au filtrat A. Transvaser quantitativement les solutions combinées dans une fiole jaugée à un trait de 50 cm³ (voir 5.7) avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4). Diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4) avant de procéder conformément à 7.4.

Les solutions d'essai doivent avoir la même concentration d'acide chlorhydrique qu'en 4.4. Si l'évaporation, etc., a réduit ou augmenté cette concentration, l'ajuster en conséquence en ajoutant de l'acide chlorhydrique concentré (4.3) 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 (voir 5.7), introduire, à l'aide de pipettes (voir 5.9), les volumes de la solution étalon de plomb (4.8) indiqués dans le tableau 1, diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4) et bien mélanger.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Volume de solution étalon de plomb cm ³	Masse de plomb contenue dans 1 cm ³ µg
50	5
20	2
10	1
5	0,5
0	0

7.3.1.2 Préparer la série des solutions d'étalonnage le jour même de leur utilisation.

7.3.1.3 Si la prise d'essai a été préparée avec de l'acide sulfurique et de l'acétate d'ammonium, utiliser les mêmes quantités de ces réactifs pour les solutions d'étalonnage et pour le terme zéro de la gamme des solutions d'étalonnage.

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 plomb étant orientée de manière appropriée, régler la longueur d'onde à 283,3 nm et la sensibilité ainsi que l'ouverture de la fente conformément aux caractéristiques de l'instrument.

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 des solutions d'étalonnage 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 l'analyte trouvé dans le caoutchouc soumis à l'essai ou lui soit inférieure.

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

Si l'acide sulfurique a été utilisé lors de la préparation de la solution d'essai, il est conseillé d'appliquer une correction pour le bruit de fond.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, par exemple, les masses, en microgrammes, de plomb 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, en ordonnées. Représenter les points sur la courbe par la meilleure ligne droite appréciée visuellement ou calculée selon la méthode des moindres carrés.

7.4 Détermination

7.4.1 Mesurages spectrométriques

Effectuer en double les mesurages spectrométriques à une longueur d'onde de 283,3 nm sur la solution d'essai préparée en 7.2.2, en suivant le mode opératoire prescrit en 7.3.2.

7.4.2 Dilution

Si la réponse de l'instrument pour la solution d'essai est plus élevée que celle que l'on trouve pour la solution d'étalonnage présentant la concentration de plomb la plus élevée, diluer, selon les besoins, avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4), de la façon suivante:

Introduire soigneusement, à l'aide d'une pipette graduée, un volume V , en centimètres cubes, de la solution d'essai dans une fiole jaugée à un trait de 100 cm³ (voir 5.7) de manière que la concentration de plomb se situe dans la gamme couverte par les solutions d'étalonnage. Diluer au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4). Répéter les mesurages spectrométriques.

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

7.5 Essai à blanc

Procéder à un essai à blanc en parallèle avec le dosage, en utilisant l'acide chlorhydrique dilué 1+2 (4.4), mais en omettant la prise d'essai.

Si la préparation de la solution d'essai nécessite l'utilisation d'acide sulfurique et d'acétate d'ammonium, préparer la solution à blanc en répétant le mode opératoire mais en omettant la prise d'essai.

7.6 Nombre de dosages

Procéder à deux dosages en utilisant des prises d'essai séparées prélevées sur le même échantillon homogénéisé.

iTeh STANDARD PREVIEW

8 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

8.1 Lire la concentration de plomb dans la solution d'essai directement sur la courbe d'étalonnage tracée en 7.3.3.

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

$$\frac{\rho(\text{Pb})_t - \rho(\text{Pb})_b}{200m} \times f$$

où

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

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

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

f est le facteur de dilution, si nécessaire (voir 7.4.2), de la solution d'essai, donné par

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

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

8.2 En variante, la teneur en plomb, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{\rho(\text{Pb})_t - \rho(\text{Pb})_b}{200m} \times f$$

où

$\rho(\text{Pb})_t$ est la concentration de plomb, en microgrammes par centimètre cube, dans la solution d'essai, donnée par

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

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

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

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 plomb la plus voisine de celle dans la solution d'essai,

$\rho(\text{Pb})_n$ étant la concentration de plomb, 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;

f est le facteur de dilution, si nécessaire (voir 7.4.2), de la solution d'essai, donné par

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

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

8.3 Le résultat d'essai est constitué par la moyenne de deux dosages acceptables, arrondie à la deuxième décimale lorsque la teneur en plomb est exprimée en pourcentage, et au nombre entier le plus proche lorsque la teneur est exprimée en milligrammes par kilogramme.

8.4 Indiquer la teneur en plomb en pourcentage si elle est supérieure ou égale à 0,1 %, ou en milligrammes par kilogramme si elle est inférieure à 0,1 %.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 6101;
- tous renseignements nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- méthode d'échantillonnage;
- méthode de calcination utilisée;
- type d'instrument utilisé: flamme ou four à graphite;
- résultats obtenus et mode d'expression utilisé;
- toutes particularités inhabituelles notées au cours du dosage;
- toutes opérations non prévues dans la présente partie de l'ISO 6101 ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats.