

---

---

**Plastiques/caoutchouc — Dispersions  
de polymères et latex de caoutchouc  
(naturel et synthétique) — Détermination  
des monomères résiduels et autres  
constituants organiques par  
chromatographie en phase gazeuse sur  
colonne capillaire —**

**Partie 1:**

**Méthode d'injection liquide directe**

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-66b21474714f/iso-13741-1-1998)

*Plastics/rubber — Polymer dispersions and rubber latices (natural and synthetic) — Determination of residual monomers and other organic components by capillary column gas chromatography —*

*Part 1: Direct liquid injection method*



## 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 13741-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*, en étroite collaboration avec ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8->

L'ISO 13741 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques/caoutchouc — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc (naturel et synthétique) — Détermination des monomères résiduels et autres constituants organiques par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire*:

- *Partie 1: Méthode d'injection liquide directe*
- *Partie 2: Méthode de l'espace de tête*

© ISO 1998

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

## Introduction

Pour des raisons liées à l'hygiène et à l'environnement, les prescriptions actuellement imposées par les autorités incluent l'évaluation de la teneur en monomères résiduels et autres constituants organiques saturés volatils, cette détermination portant parfois sur des teneurs extrêmement faibles. Or, les anciennes normes de mesure desdits constituants résiduels volatils fondées sur une distillation avec titrage ne permettent plus de faire face à de telles exigences.

La présente partie de l'ISO 13741 correspond à une méthode de pointe qui permet de déterminer par chromatographie en phase gazeuse la teneur en monomères résiduels et autres constituants organiques dans les dispersions de polymères et les latex. La présente partie de l'ISO 13741 décrit une méthode qui concorde avec les exigences actuelles requises par les méthodes d'analyse; elle est prévue pour être utilisée à la place de l'ISO 2008:1987, *Latex de butadiène-styrène — Dosage des composés non saturés volatils*, et l'ISO 3899:1988, *Caoutchouc — Latex de nitrile — Détermination de la teneur en acrylonitrile résiduel*, dans le cas où l'on doit disposer de valeurs de mesure précises de la teneur en substances volatiles, et elle étend le domaine d'application de ces normes aux autres

<https://standards.iso.org/iso-13741-1-1998>

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

ISO 13741-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-66b21474714f/iso-13741-1-1998>

# Plastiques/caoutchouc — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc (naturel et synthétique) — Détermination des monomères résiduels et autres constituants organiques par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire —

## Partie 1: Méthode d'injection liquide directe

**AVERTISSEMENT** — L'utilisation de la présente partie de l'ISO 13741 implique l'intervention de produits d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente partie de l'ISO 13741 n'est pas censée 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.

(standards.iteh.ai)

### 1 Domaine d'application

ISO 13741-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8->

**1.1** La présente partie de l'ISO 13741 prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en monomères résiduels et autres constituants organiques (saturés) dans les dispersions aqueuses de polymères et les latex, ainsi que dans les autres produits connexes. Elle est fondée sur la technique de chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire, selon la méthode directe d'injection de liquide.

**1.2** Les monomères résiduels et les substances volatiles saturées ayant pu être dosés au moyen de la présente méthode sont les suivants: esters acrylique et méthacrylique, acrylonitrile, butadiène, styrène, acétate de vinyle, chlorure de vinyle ainsi que leurs dérivés, tels que l'acétaldéhyde et l'éthylbenzène. Le butadiène peut être élué en même temps que du *cis*-butène-2.

**1.3** Les chromatogrammes obtenus comprenant normalement une série de plusieurs pics, il est uniquement possible de doser les constituants volatils pour lesquels on a déterminé des facteurs de réponse. Pour identifier les pics non connus, il est conseillé de recourir à des méthodes auxiliaires comme la spectroscopie de masse ou d'utiliser une seconde colonne de chromatographie en phase gazeuse de polarité différente.

### 2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 13741. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 13741 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

### 3 Principe

L'échantillon pour essai est dilué avec de l'eau contenant l'étalon interne, puis cette solution est injectée dans la chambre de vaporisation d'un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une colonne capillaire, d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un dispositif de programmation linéaire de la température.

### 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau de qualité 1 telle que définie dans l'ISO 3696.

**4.1 Gaz vecteur:** azote ou hélium, ayant une pureté d'au moins 99,995 %.

**4.2 Propionitrile,** ayant une pureté de 99 % (en tant qu'étalon interne).

Le propionitrile s'est avéré être un étalon interne approprié; cependant, d'autres composés organiques au moins partiellement solubles dans l'eau, non présents dans l'échantillon, pourraient être utilisés comme étalon interne (par exemple, l'iso-butylacétate ou le méthylisobutylcétone). L'étalon interne utilisé doit permettre d'obtenir une bonne séparation et ne doit interférer avec aucun des constituants présents à l'origine dans l'échantillon.

**4.3 Monomères et autres constituants organiques utiles,** ayant une pureté supérieure à 99 %, s'ils sont utilisés à des fins de comparaison.

**4.4 Diméthylformamide (DMF).**

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

**4.5 Tétrahydrofurane (THF).**

[ISO 13741-1:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-66b21474714f/iso-13741-1-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-66b21474714f/iso-13741-1-1998>

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, ainsi que les appareils suivants:

**5.1 Chromatographie en phase gazeuse,** comportant un injecteur, conçu pour fonctionner en chromatographie de partage avec un diviseur de débit d'au moins 1 cm<sup>3</sup> de volume, un détecteur à ionisation de flamme et un dispositif de programmation linéaire de la température de la colonne.

**5.2 Colonne capillaire,** de 30 m de longueur et de 0,53 mm de diamètre intérieur, en silice fondue, dont la paroi intérieure doit être revêtue d'un film de polydiméthylsiloxane de 1 µm à 5 µm d'épaisseur.

**5.3 Intégrateur ou enregistreur approprié.**

Il convient que le potentiomètre enregistreur ait une déviation totale de 10 mV, un temps de réponse inférieur ou égal à 2 s sur toute l'étendue de mesure, et un niveau de bruit de fond maximal de ± 0,03 %.

**5.4 Microseringue,** de capacité comprise entre 10 µl et 50 µl.

NOTE — On a constaté qu'une microseringue de 50 µl de capacité est plus fiable et plus stable que les seringues de plus petite taille car l'aiguille n'a pas tendance à se colmater. Toutefois, il est en principe, également possible d'utiliser des petites microseringues de 10 µl de capacité.

**5.5 Balance analytique,** ayant une précision de 0,1 mg.

**5.6 Fioles jaugées,** de capacité respective 50 cm<sup>3</sup> et 1 000 cm<sup>3</sup>.

## 6 Préparation de l'appareillage

**6.1** Remplir l'injecteur partiellement avec un morceau de tamis en acier inoxydable de 80 à 325 mesh (180  $\mu\text{m}$  à 45  $\mu\text{m}$ ) pour retenir les solides pendant l'injection.

**6.2** Conditionner la colonne en reliant une extrémité de la colonne au côté «entrée» de l'appareillage sans raccorder l'extrémité «sortie» de la colonne afin d'empêcher la contamination du détecteur causée par la purge de la colonne. Régler le débit du gaz vecteur à la valeur fixée dans la notice d'emploi et purger la colonne à 220 °C pendant (au moins) 1 h.

**6.3** Après conditionnement, raccorder l'extrémité «sortie» de la colonne au détecteur et mettre en œuvre les conditions de fonctionnement requises pour obtenir la séparation souhaitée (voir tableau 1 en ce qui concerne les conditions types). Attendre suffisamment longtemps pour que l'appareillage atteigne l'équilibre qui se traduit par une ligne de base stable.

**6.4** Contrôler la température de détecteur de façon à la rendre constante à 1 °C près, sans utiliser le thermostat car son utilisation risque d'engendrer une ligne de base irrégulière.

**Tableau 1 — Conditions types de fonctionnement<sup>1)</sup>**

<b>Détecteur</b> débit d'air débit d'hydrogène débit du gaz d'appoint	ionisation de flamme 240 cm <sup>3</sup> /min 30 cm <sup>3</sup> /min 30 cm <sup>3</sup> /min
<b>Colonne</b> longueur diamètre intérieur épaisseur du film	30 m 0,53 mm 1 $\mu\text{m}$ à 5 $\mu\text{m}$ (polydiméthylsiloxane)
<b>Gaz vecteur</b> débit gaz purgeur	azote ou hélium 4 cm <sup>3</sup> /min 1 cm <sup>3</sup> /min à 2 cm <sup>3</sup> /min
<b>Températures</b> injecteur détecteur température initiale de la colonne isotherme programmation de température température finale de la colonne isotherme finale <sup>2)</sup>	150 °C à 200 °C 250 °C 50 °C 5 min 5 °C/min 200 °C (ou plus, si nécessaire) 7 min (ou plus)
<b>Volume d'injection</b>	environ 1 $\mu\text{l}$
<b>Coefficient de partage</b>	de 10:1 à 100:1
<p>1) Il peut être nécessaire de modifier ces conditions si des problèmes de séparation surviennent ou si d'autres conditions sont spécifiées dans les instructions du fabricant de chromatographe en phase gazeuse. Par exemple, une colonne ayant un diamètre intérieur de moins de 0,53 mm peut être mieux adapté; auquel cas, il faut ramener le débit du gaz vecteur à environ 1 cm<sup>3</sup>/min.</p> <p>2) Au terme de l'isotherme finale, il est recommandé de procéder à une phase de chauffage jusqu'à 300 °C ou 320 °C pour purger la colonne.</p>	

## 7 Étalonnage

**7.1** Pour obtenir des résultats fiables, il est nécessaire d'étalonner l'appareil pour chaque analyse vis-à-vis de la sensibilité et du temps de rétention.

Déterminer les facteurs de réponse et les temps de rétention de chaque constituant supposé présent dans la dispersion ou le latex en injectant de petites quantités d'étalon interne avec chaque constituant ou des mélanges de ceux-ci dissous dans un solvant (par exemple diméthylformamide ou tétrahydrofurane).

**7.2** Peser, à 0,1 mg près, environ 100 mg de proprionitrile et entre 50 mg et 200 mg du constituant volatil considéré (3 à 4 quantités différentes sont recommandées) dans une fiole jaugée de 50 cm<sup>3</sup>. Compléter au volume avec du diméthylformamide (ou du tétrahydrofurane) et bien mélanger.

**7.3** Injecter une partie aliquote de 1 µl de la solution indiquée en 7.2 dans la colonne et enregistrer le chromatogramme. En ce qui concerne les appareils, utiliser les mêmes conditions que pour l'analyse de l'échantillon.

L'ordre d'éluion type obtenu pour les différents constituants volatils est indiqué ci-dessous:

acétaldéhyde  
1,3-butadiène  
acrylonitrile  
propionitrile  
acétate de vinyle  
acrylate de méthyle  
*n*-butanol  
acrylate d'éthyle  
méthacrylate de méthyle  
4-vinylcyclohexène  
éthylbenzène  
*n*-butylacrylate  
styrène  
2-éthylhexylacrylate  
4-phénylcyclohexène

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

ISO 13741-1:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a17d0b4-4ea7-4f70-9ac8-66b21474714f/iso-13741-1-1998>

**7.4** Mesurer les surfaces des pics des constituants individuels et calculer le facteur de réponse relatif,  $R_f$ , de chaque constituant comme suit:

$$R_f = \frac{A_S \times m_V^\circ}{A_V \times m_S^\circ}$$

où

$R_f$  est le facteur de réponse relatif de la substance volatile considérée, par rapport à l'étalon interne;

$A_S$  est la surface du pic de l'étalon interne (propionitrile);

$A_V$  est la surface du pic de la substance volatile considérée;

$m_S^\circ$  est la masse de l'étalon interne dans le mélange pour étalonnage;

$m_V^\circ$  est la masse de la substance volatile considérée dans le mélange pour étalonnage.

**7.5** Calculer le facteur de réponse moyen de chaque substance volatile.

**7.6** Répéter le présent étalonnage, si besoin est.



**7.7** Les facteurs de réponse types sont les suivants:

1,3-butadiène	0,6
4-vinylcyclohexène	0,6
éthylbenzène	0,6
<i>n</i> -butylacrylate	0,95
styrène	0,6

## 8 Mode opératoire

**8.1** Préparer une solution diluée d'étalon interne en pesant, à 0,1 mg près, environ 250 mg de propionitrile dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>. Compléter au volume avec de l'eau (de qualité 1). Agiter modérément. Calculer la concentration de l'étalon interne,  $w_S$ , dans cette solution et exprimer la valeur obtenue en milligrammes par kilogramme.

Préparer une solution fraîche par nouvelle journée de mise en œuvre de la méthode d'essai. Veiller à réduire les pertes par évaporation.

**8.2** Peser, à 0,01 g près, 10 g (ou une fraction adéquate de 10 g) d'échantillon ( $m_d$ ), ajouter 30 g ou la même fraction de 30 g que pour l'échantillon), de la solution d'étalon interne préparée en 8.1 ( $m_S$ ) et agiter pendant 10 min à 15 min.

**8.3** Injecter approximativement 1 mm<sup>3</sup> de l'échantillon dilué, préparé conformément à 8.2, dans l'injecteur en mettant en œuvre les conditions indiquées dans le tableau 1, ou des conditions similaires.

NOTE — Pour l'injection, il est conseillé d'utiliser une seringue de 50 mm<sup>3</sup> pour éviter les problèmes de colmatage de l'aiguille dus à la formation d'un film.

Immédiatement après l'injection, nettoyer la seringue avec de l'eau (de qualité 1) ou avec un solvant hydrosoluble (par exemple tétrahydrofurane).

**8.4** Nettoyer ou remplacer l'injecteur toutes les 10 à 20 injections.

**8.5** Mesurer les surfaces de pics de l'étalon interne,  $A_S$ , et des substances volatiles concernées,  $A_V$ .

## 9 Calcul

Calculer la fraction massique,  $w_V$ , en milligrammes par kilogramme, de chaque substance volatile présente dans la dispersion de polymère/le latex, comme suit:

$$w_V = \frac{A_V \times R_f \times w_S \times m_S}{A_S \times m_d}$$

où

$w_S$  est la fraction massique, en milligrammes par kilogramme, de l'étalon interne dans la solution préparée en 8.1;

$A_V$  est la surface du pic de la substance volatile considérée;

$A_S$  est la surface du pic de l'étalon interne;

$m_S$  est la masse, en grammes, de la solution d'étalon interne dans l'échantillon dilué préparé en 8.2 (par exemple 30 g);