NORME INTERNATIONALE

ISO 13741-2

Première édition
1998-02-15

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 —

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Partie 2:

Méthode de l'espace tête

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

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

Part 2: Headspace method

(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 13741-2 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*.

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-
a0b2-93ef5c7d0ec1/iso-13741-2-1998

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 les 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 constituants organiques volatils.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f3f7d87-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

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 2:
Méthode de l'espace de tête

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-
a0d2-5e8a8b5b0b5b/iso-13741-2-1998

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 et non 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 de l'espace de tête.

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, butadiène, styrène, acétate de vinyle, ainsi que leurs dérivés, tels que l'éthylbenzène.

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

Une partie aliquote appropriée de l'échantillon est diluée avec de l'eau et avec un solvant miscible à l'eau et contenant l'étalon interne ainsi qu'un inhibiteur de polymérisaton. Ce mélange est versé dans un flacon à espace de tête qui est ensuite scellé. Le flacon est porté à son équilibre thermique et une quantité mesurée du contenu de l'espace de tête est introduit dans 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. Le dosage de l'échantillon s'effectue en utilisant des appareils automatiques, disponibles dans le commerce.

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: hélium ou azote.

4.2 Dioxane (en tant qu'étalon interne).

Le dioxane s'est avéré être un étalon interne approprié; cependant, d'autres composants organiques, non présents dans l'échantillon, pourraient être utilisés comme étalons internes (par exemple, la méthylisobutylcétone). Il ne doit pas se produire d'élution simultanée de l'étalon interne utilisé et de la substance à analyser. Le temps de rétention doit être du même ordre que celui de la substance à analyser.

4.3 Monomères, ayant une pureté supérieure à 99 %, s'ils sont utilisés à des fins de comparaison.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.4 Diméthylacétamide ou **diméthylformamide.**

4.5 2,6-Di-tert-butyl-4-méthylphénol (en tant qu'inhibiteur de polymérisation).

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, ainsi que les appareils suivants:

5.1 Chromatographe en phase gazeuse, comportant un injecteur, conçu pour fonctionner en chromatographie de partage, muni d'un détecteur à ionisation de flamme et d'un dispositif de programmation linéaire de la température de la colonne, permettant d'une part d'effectuer un prélèvement séquentiel, et d'autre part, d'analyser les vapeurs contenues dans l'espace de tête des flacons scellés.

5.2 Colonne capillaire, de 30 m de longueur et de 0,25 mm de diamètre intérieur, en silice fondue, dont la paroi intérieure doit être revêtue d'un film de polydiméthylsiloxane de 1 µm d'épaisseur.

5.3 Intégrateur.

5.4 Flacons de prélèvement automatique à septum obturable, d'environ 20 cm^3, pouvant être utilisés avec un chromatographe en phase gazeuse à espace de tête.

5.5 Septums, revêtus d'aluminium ou de PTFE, et **capsules d'aluminium**, destinées à réobturer les flacons.

5.6 Pinces à sertir.

5.7 Balance analytique, ayant une précision de 0,1 mg.

5.8 Agitateur magnétique, ou **mélangeur à rouleaux.**

6 Préparation de l'appareillage

6.1 Conditionner la colonne en reliant une extrémité de la colonne au côté «entrée» de l'appareillage sans raccorder l'extrémité «sortie» de la colonne pour 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.

6.2 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.

6.3 Contrôler la température du 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[1)]

Détecteur	ionisation de flamme
Les débits d'hydrogène, d'air et du gaz d'appoint (par exemple azote) doivent être optimisés conformément aux recommandations du fabricant du détecteur	
Colonne	
longueur	30 m
diamètre intérieur	0,25 mm
épaisseur du film	1 µm (polydiméthylsiloxane)
Gaz vecteur	hélium ou azote
pression préliminaire de la colonne	0,7 MPa à 1,7 MPa
diviseur	25 cm³/min
Températures	
bloc détecteur	300 °C
température initiale de la colonne	50 °C
isotherme	5 min
programmation de température	5 °C/min
température finale de la colonne	260 °C
isotherme finale	10 min
Durée ou volume d'injection	6 s en cas d'utilisation de la technique d'échantillonnage programmée en fonction de la température ou 1 ml en cas d'utilisation d'une boucle d'échantillonnage

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^3/min.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

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 analysant le contenu de l'espace de tête, c'est-à-dire une solution composée de l'étalon interne et de chaque constituant ou de mélanges de ceux-ci dissous dans un solvant (par exemple diméthylacétamide). Utiliser les mêmes conditions chromatographiques que celles mises en œuvre pour analyser l'échantillon.

7.2 Mélanger 1 cm ^{3} d'eau avec 2 cm^3 de solution d'étalon interne (contenant environ 500 µg de dioxane pour 1 cm^3 de diméthylacétamide) et un petit volume (< 50 µl) du mélange des substances volatiles considérées. Les fractions massiques des substances volatiles concernées doivent correspondre à celles présentes dans l'échantillon.

Il est conseillé d'effectuer l'étalonnage avec différentes concentrations (trois ou quatre sont recommandées).

7.3 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;

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

m_S° est la masse de l'étalon interne dans le mélange pour étalonnage;

m_V° est la masse de la substance volatile considérée dans le mélange pour étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.4 Calculer le facteur de réponse moyen de chaque substance volatile.

7.5 Répéter le présent étalonnage, si besoin est.

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9935d687-2902-477b-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

7.6 Les facteurs de réponse types sont les suivants:

éthylbenzène	environ 0,1
styrène	environ 0,2
4-phénylcyclohexène	environ 1

NOTE — Les valeurs de R_f sont étroitement liées à la colonne utilisée.

8 Mode opératoire

8.1 Peser, à 0,2 mg près, environ 0,5 g d'échantillon dans un flacon à espace de tête. Ajouter 1 cm^3 d'eau puis 2 cm^3 de solution d'étalon interne (contenant environ 500 µg de dioxane pour 1 cm^3 de diméthylacétamide), fermer avec un septum et sceller le flacon de façon qu'il soit étanche à la pression.

NOTE — Selon le type du polymère et l'analyte à déterminer, on peut également utiliser d'autres solvants à point de distillation élevé, miscibles à l'eau.

8.2 Homogénéiser l'échantillon dilué en agitant pendant 30 min à 4 h, selon la composition, ou faire rouler les flacons sur eux-mêmes dans le mélangeur à rouleaux pendant 24 h.

8.3 Chauffer l'échantillon dilué à 90 °C pendant 1 h afin que le système atteigne l'équilibre et analyser le contenu de l'espace de tête dans les conditions chromatographiques indiquées dans l'article 6.

8.4 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:

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

où

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 milligrammes, de la solution d'étalon interne dans l'échantillon dilué préparé en 8.1;

m_d est la masse, en kilogrammes, d'échantillon présent dans l'échantillon dilué préparé en 8.1;

R_f est le facteur de réponse relatif de la substance volatile, déterminée conformément à 7.3.

NOTE — Dans certains cas, il peut s'avérer plus approprié d'effectuer les calculs selon la méthode des ajouts ou selon la méthode des extractions multiples de l'espace de tête.

Les figures 1 à 3 représentent des chromatogrammes types.

Reporter les résultats inférieurs à 10 mg/kg (limite de détection) sous la forme < 10 mg/kg.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

10 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car l'on ne dispose pas de données interlaboratoires.

ISO 13741-2:1998
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9955d687-2902-4776-8012-936281575c67/iso-13741-2-1998

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

a) référence à la présente partie de l'ISO 13741;

b) conditions opératoires utilisées, si elles diffèrent de celles prescrites dans le tableau 1;

c) résultats obtenus, calculés conformément à l'article 9;

d) date de l'essai.