
**Caoutchouc brut — Détermination
des monomères résiduels et autres
composés volatils de masse moléculaire
faible par chromatographie en phase
gazeuse sur colonne capillaire —
Méthode par désorption thermique
(espace de tête dynamique)**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber, raw — Determination of residual monomers and other volatile
low-molecular-mass compounds by capillary gas chromatography —
Thermal desorption (dynamic headspace) method*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-
b71a3ed09059/iso-17052-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17052:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Préparation de l'appareillage	2
8 Étalonnage	3
9 Mode opératoire	4
10 Fidélité pour le monomère résiduel	5
11 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Types de caoutchouc contenant du butadiène (notamment BR, SBR, NBR)	6
Annexe B (normative) Types de caoutchouc ne contenant pas de butadiène (notamment EPDM, EOM)	7
Annexe C (informative) Fidélité pour les monomères résiduels	8
Bibliographie	13

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17052 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

La présente Norme internationale a été élaborée à l'issue d'une longue collaboration entre l'ISO/TC 45/SC 2/WG 5 et l'Institut International des Fabricants de Caoutchoucs Synthétique. Les experts de huit sociétés productrices différentes situées dans cinq pays y ont participé et la norme intègre la somme de leurs meilleures pratiques et de leur expérience.

Introduction

De nos jours, étant donné l'importance croissante de la législation relative aux émissions de produits chimiques organiques volatils sur les lieux de travail et, d'une manière générale, dans l'environnement, on a besoin de connaître la nature et les quantités de ces composés présents dans les caoutchoucs bruts même à l'état de traces.

La présente Norme internationale a donc été élaborée pour décrire une méthode avancée de détermination des monomères résiduels et autres molécules faiblement volatiles dans les caoutchoucs bruts.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17052:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17052:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-b71a3ed09059/iso-17052-2007>

Caoutchouc brut — Détermination des monomères résiduels et autres composés volatils de masse moléculaire faible par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire — Méthode par désorption thermique (espace de tête dynamique)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

ATTENTION — Certaines méthodes spécifiées dans la présente Norme internationale peuvent impliquer l'usage ou la production de substances ou la production de déchets, qui pourraient constituer un risque pour l'environnement local. Il convient de faire référence à la documentation appropriée relative à la manipulation et à la mise au rebut après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des monomères résiduels et autres composés volatils de faible masse moléculaires par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire en utilisant une méthode de désorption thermique (la désorption thermique est également connue sous le nom d'espace de tête dynamique). Elle inclut une section générique applicable à tous les types de caoutchouc brut et deux annexes spécifiques à des types de caoutchouc particuliers.

Cette méthode présente l'avantage de ne pas nécessiter de solvant, de concentrer les éléments volatils et de les introduire dans le chromatographe de manière très précise.

Les composés recherchés dans le caoutchouc brut sont définis comme des monomères résiduels, solvants et autres composés de faible poids moléculaire se situant dans la plage de point d'ébullition des hydrocarbures C4 à C12.

NOTE La limite de détection est de 1 µg/g.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, la définition suivante s'applique.

3.1

facteur de réponse relative

RRF

rapport de la réponse du composé soumis à essai à la réponse d'un mélange étalon

4 Principe

Un échantillon est chauffé à une température spécifiée dans un flux de gaz vecteur pendant un temps spécifié. Le flux traverse un piège froid, maintenu à une température spécifiée, où sont retenus les éléments volatils. Le piège est ensuite rapidement chauffé d'une manière spécifiée, pour transférer les éléments volatils dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une colonne capillaire et d'un détecteur approprié. Les molécules séparées sont quantifiées selon une méthode de calcul normalisée externe.

5 Réactifs

Tous les produits chimiques utilisés pour le mode opératoire doivent être de qualité analytique. Tous les produits chimiques utilisés pour déterminer les facteurs de réponse et les temps de rétention doivent être de pureté connue.

5.1 **Gaz vecteur:** azote, hélium ou hydrogène de grande pureté.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Appareillage

ISO 17052:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03d57e32-7eb0-45e5-adb9-9059/iso-17052-2007>

Matériel de laboratoire ordinaire, ainsi que ce qui suit:

6.1 **Mélangeur de laboratoire à deux cylindres**, comme spécifié dans l'ISO 2393.

6.2 **Chromatographe en phase gazeuse**, équipé d'une colonne capillaire pouvant assurer une résolution suffisante, d'un détecteur à ionisation de flamme, d'un système de désorption thermique et d'un équipement de traitement des données.

6.3 **Balance analytique**, précise à 0,000 1 g.

6.4 **Fioles en verre de 20 ml**, pouvant être soigneusement scellées à l'aide d'un septum (par exemple flacons à espace de tête munis de bouchons sertis ou flacons filetés).

6.5 **Seringue microvolume**, de 1 µl, dans laquelle l'échantillon est contenu dans l'aiguille (seringue «aiguille dans l'aiguille»), d'une précision de 0,01 µl.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Préparer le chromatographe conformément à la pratique normale et aux instructions du fabricant.

7.2 Établir les conditions des instruments comme décrit dans l'Annexe A ou l'Annexe B, en fonction du type de caoutchouc analysé.

8 Étalonnage

8.1 Généralités

Le composé utilisé pour l'étalonnage (étalon) doit être soit le mélange à déterminer, soit un mélange de substitution. En cas d'utilisation d'un mélange de substitution, le facteur de réponse de l'élément de substitution par rapport au monomère résiduel ou au mélange résiduel étudié doit être déterminé selon l'Équation (1).

$$\text{RRF} = \frac{A_s \times m_m}{A_m \times m_s} \quad (1)$$

où

RRF est le facteur de réponse du mélange de substitution (étalon), par rapport au monomère résiduel ou au mélange résiduel étudié;

A_m est l'aire du pic du monomère résiduel ou du mélange résiduel étudié;

A_s est l'aire du pic du mélange de substitution;

m_m est la masse du monomère résiduel, à 0,000 1 g près;

m_s est la masse du mélange de substitution, à 0,000 1 g près.

Une approche théorique est également possible (voir les Références [1], [2] et [3] dans la Bibliographie).

8.2 Préparation des solutions mères

Deux solutions doivent être préparées afin d'éviter les erreurs systématiques. Ces solutions doivent contenir 1 % et/ou 5 % du (des) étalon(s). La concentration choisie pour la solution mère dépendra de la plage de concentrations attendue en monomères résiduels ou en mélanges volatils résiduels étudiés dans le polymère; si la plage de concentrations attendue se situe entre 1 ppm et 100 ppm, deux solutions mères à 1 % doivent être utilisées. Si la plage se situe entre 100 ppm et 1 000 ppm, deux solutions mères à 5 % doivent être utilisées. Si elle se situe autour de 100 ppm, il est recommandé de préparer à la fois la solution à 1 % et celle à 5 %. Les solutions mères doivent être préparées dans les fioles en verre de 20 ml (6.4).

8.3 Préparation des solutions de travail

Les solutions de travail sont des solutions présentant une concentration connue avec précision en étalon(s). Il peut s'agir soit des solutions mères elles-mêmes soit de dilutions spécifiques de la ou des solutions mères.

8.4 Étalonnage du système à espace de tête dynamique

Au départ, il est recommandé de procéder à un étalonnage en cinq points. Il doit être réalisé afin de contrôler la linéarité du détecteur dans la plage de concentrations concernée. Préparer cinq solutions de travail présentant des concentrations différentes en étalon(s). La plage de concentrations doit couvrir la plage de concentrations attendue en monomère résiduel ou en mélange volatil étudié dans le polymère. Si la plage de concentrations attendue est totalement inconnue, un étalonnage «complet» entre 1 µg/g et 1 000 µg/g doit être réalisé.

1 µl de la solution d'étalonnage concernée doit être injecté à l'aide de la seringue microvolume décrite (6.5) dans un tube de désorption contenant un remplissage approprié qui est ensuite traité dans le système à espace de tête dynamique.

Déterminer la pente de la courbe d'étalonnage qui donne l'aire de réponse par µg d'étalon.

L'étalonnage en cinq points n'est à effectuer qu'une seule fois. Pour les analyses ultérieures, il suffit de procéder à un étalonnage en un point. Pour cet unique point d'étalonnage, la concentration de la solution de travail doit être aussi proche que possible de la concentration prévue en mélange analysé dans le polymère.

La différence entre le résultat fourni par l'analyse en un seul point et le résultat prévu à partir de la courbe d'étalonnage doit être < 10 %. Dans le cas contraire, l'étalonnage en cinq points doit être répété.

NOTE Il faut prendre de grandes précautions lors de la préparation des solutions mères d'étalons volatils.

9 Mode opératoire

9.1 Conditionnement du système

Procéder à un essai à blanc dans les conditions spécifiées pour le caoutchouc à déterminer. Si le blanc ne donne pas satisfaction, purger le système et refaire l'essai à blanc.

9.2 Préparation de l'échantillon d'essai

Prélever un échantillon d'essai de 250 g ± 5 g au centre d'un échantillon de laboratoire préparé conformément à l'ISO 1795. Si le caoutchouc se présente sous forme de copeaux ou de poudre, en prélever au hasard une quantité équivalente dans le conditionnement.

NOTE Pour les caoutchoucs qui peuvent être homogénéisés convenablement dans un mélangeur de laboratoire, il s'est avéré que la répétabilité de l'essai est améliorée si le mode opératoire suivant est mis en œuvre. Homogénéiser l'échantillon d'essai, préparé comme ci-dessus, dans un mélangeur de laboratoire comme spécifié dans l'ISO 2393 en utilisant le mode opératoire donné dans l'ISO 1795, mais avec les mélangeurs à cylindres à température normale de laboratoire, comme spécifié dans l'ISO 23529, en utilisant un écartement des cylindres de 3,5 mm ± 0,5 mm et en procédant à seulement six passages.

9.3 Détermination des monomères (résiduels et autres mélanges volatils)

Prélever une éprouvette pesant environ 0,25 g au centre de l'échantillon d'essai. La découper en petits morceaux d'environ 0,5 mm et peser approximativement 0,05 g, à 0,000 1 g près, pour les introduire dans un récipient approprié, par exemple un tube de désorption. Pour les échantillons en poudre, peser environ 0,05 g, à 0,000 1 g près, et les transférer dans le récipient.

Tout autre procédé de préparation tel qu'un meulage cryogénique est inutile et peut avoir un effet délétère sur les résultats. Le procédé de préparation peut avoir un effet important sur les résultats. Afin de procéder à des comparaisons entre laboratoires, le stockage et le conditionnement de l'échantillon, le calendrier de l'essai et le procédé de préparation doivent faire l'objet d'un accord et d'un contrôle sérieux.

Commencer à refroidir le piège. Lorsqu'il atteint la température spécifiée, glisser le récipient dans le four de manière à le porter sous un flux de gaz vecteur inerte à la température spécifiée (température de désorption).

Une fois écoulé le temps spécifié (temps de désorption), chauffer le piège froid aussi rapidement que possible pour le porter à la température spécifiée de manière à transférer les mélanges piégés dans le chromatographe en phase gazeuse.

NOTE Ces opérations sont souvent effectuées automatiquement par l'équipement.

Il convient d'utiliser de préférence le même type d'équipement afin d'effectuer des comparaisons entre les laboratoires.

9.4 Calcul de la concentration du mélange

La concentration du mélange soumis à l'analyse doit être calculée à partir du chromatogramme obtenu en utilisant l'Équation (2). Ce calcul s'effectue généralement automatiquement.

$$C = \frac{RRF \times A \times C_c \times V}{A_c \times m} \quad (2)$$

où

- C est la concentration du mélange soumis à l'analyse, en $\mu\text{g/g}$;
- C_c est la concentration de l'étalon dans la solution d'étalonnage, en $\mu\text{g/ml}$;
- V est le volume de solution d'étalonnage injectée (1 μl);
- A est l'aire du pic du mélange soumis à l'analyse;
- A_c est l'aire du pic de l'étalon;
- m est la masse, en grammes, de l'échantillon.

RRF est le facteur de réponse du mélange soumis à l'analyse en fonction de l'étalon.

Pour les mélanges inconnus et les éléments mineurs, fixer le facteur de réponse relative, par hypothèse, à 1.

9.5 Contrôle de la désorption complète

Répéter le mode opératoire sur le même échantillon dans son récipient d'origine afin de vérifier que la désorption complète s'est bien produite, c'est-à-dire que l'on n'observe aucun pic du mélange soumis à l'analyse.

10 Fidélité pour le monomère résiduel

Voir l'Annexe C pour les détails de la fidélité de la méthode d'essai pour le monomère résiduel.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les indications suivantes.

- a) les détails relatifs à l'échantillon:
 - 1) la description complète de l'échantillon et sa nature physique, par exemple balle, granulés, poudre, etc.,
 - 2) la méthode de préparation de l'échantillon et l'indication de l'homogénéisation facultative éventuelle mentionnée en 9.2.
- b) la référence complète de la méthode d'essai utilisée, c'est-à-dire le numéro de la présente Norme internationale;
- c) les détails relatifs à l'essai:
 - 1) les temps et la température de conditionnement du système,
 - 2) l'identification de l'équipement utilisé,
 - 3) les détails relatifs à tout mode opératoire non spécifié dans la présente Norme internationale.
- d) les résultats d'essai:
 - 1) l'identification des monomères résiduels et autres mélanges volatils soumis à essai,
 - 2) la quantité trouvée à chaque désorption (le résultat est la somme des quantités obtenues à chaque désorption),
 - 3) les résultats d'essai en double, exprimés en $\mu\text{g/g}$ (ppm);
 - 4) la date de l'essai.