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

**Partie 5:
Dosage du fer**

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

Part 5: Determination of iron content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-5:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d010a68-869b-4186-a95a-e2ae569250f0/iso-6101-5-2006>



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 6101-5:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d010a68-869b-4186-a95a-e2ae569250f0/iso-6101-5-2006>

© ISO 2006

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
1	Domaine d'application 1
2	Références normatives 1
3	Principe 1
4	Réactifs 2
5	Appareillage 2
6	Échantillonnage 3
7	Mode opératoire 3
7.1	Préparation de la prise d'essai 3
7.2	Préparation de la solution d'essai 3
7.3	Établissement des courbes d'étalonnage 4
7.4	Détermination 5
8	Expression des résultats 6
9	Rapport d'essai 6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-5:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d010a68-869b-4186-a95a-e2ae569250f0/iso-6101-5-2006>

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 6101-5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6101-5:1990), dont elle constitue une révision par la mise à jour des références normatives.

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*

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 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour la détermination de la teneur en fer des caoutchoucs.

Elle est applicable au caoutchouc brut, aux produits de caoutchouc et aux latex ayant des teneurs en fer 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

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

ISO 247:2006, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*

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

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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

3 Principe

Une prise d'essai est calcinée à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ conformément à l'ISO 247:2006, Méthode A ou B. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique et, 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, et l'absorption est mesurée à une longueur d'onde de 248,3 nm pour des concentrations allant jusqu'à 10 mg/kg ou 0,001 % (par masse), ou 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 % (par masse) à 0,1 % (par masse).

NOTE L'ISO 6955, *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, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, sauf indication contraire spécifiée.

4.1 Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho = 1,19 \text{ Mg/m}^3$.

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 3 (par volume).

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

4.4 Acide fluorhydrique, $\rho = 1,13 \text{ Mg/m}^3$ [38 % (par masse) à 40 % (par masse)].

4.5 Acide nitrique, $\rho = 1,42 \text{ Mg/m}^3$.

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 % (par masse). 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), diluer 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

ISO 6101-5:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d010a68-869b-4186-a95a-e2ae569250f0/iso-6101-5-2006>

Matériel courant de laboratoire et les suivants, en s'assurant que tous les appareils et les équipements 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 exigences de l'ISO 1042:1998, 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, conformément aux exigences de l'ISO 648:1977, 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 1795;
- latex, conformément à l'ISO 123;
- produits, pour être représentatif de la totalité de l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité connues doivent être observées lors de la réalisation des modes opératoires spécifiés dans la présente partie de l'ISO 6101.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d010a68-869b-4186-a95a-e2a569250f0/iso-6101-5-2006>

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.

7.1.2 Peser, à 0,01 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 organiques

Procéder à la calcination conformément à l'ISO 247:2006, 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 température ambiante. Ajouter avec précaution 20 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) sur les cendres et chauffer pendant 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.

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

Si le résidu se dissout complètement, transvaser dans une fiole jaugée de 100 cm³ (5.4), diluer 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 trois 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 deux fois ce mode opératoire.

Refroidir et ajouter 50 cm³ d'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3). Couvrir avec un verre de montre (5.14) et chauffer pendant 10 min. Filtrer et rincer le filtre avec l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et verser le filtrat et la solution de rinçage dans une fiole jaugée de 100 cm³ (5.4). Diluer jusqu'au trait repère avec 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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.3.1.1 Solution mère d'étalonnage

Transférer avec précaution, à l'aide d'une pipette 10 cm³ de la solution étalon (4.6) dans une fiole jaugée de 1 dm³ (5.4) et diluer jusqu'au trait repère avec 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) comme indiqué dans le Tableau 1, compléter jusqu'au trait repère avec l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3) et bien mélanger.

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

Volume de solution mère d'étalonnage (7.3.1.1) cm ³	Concentration correspondante en fer µg/100 cm ³
100	1 000
50	500
20	200
10	100
5	50
2 ^a	20 ^a
1 ^a	10 ^a
0 ^b	0

^a Seulement si la sensibilité du spectromètre est suffisamment grande pour permettre des résultats précis.
^b Solution à blanc pour l'étalonnage.

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre en place le spectromètre (5.12) suffisamment tôt pour qu'il se stabilise. Régler ainsi 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 la série de 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. Il convient de s'assurer qu'au moins une solution d'étalonnage a une teneur en fer identique ou juste inférieure à celle du caoutchouc soumis à essai.

Il est important que l'eau soit aspiré de l'eau dans le brûleur après chaque mesurage.

7.3.3 Tracé des courbes d'étalonnage

Tracer deux courbes (une pour chaque plage de concentrations donnée ci-dessous) 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 Table 1), en ordonnée.

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

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 mode opératoire spécifié 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 en fer la plus élevée (voir Table 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 un volume V de la solution d'essai (7.2.2) dans une fiole jaugée de 100 cm³ afin que la concentration de fer soit comprise dans la plage couverte par les solutions d'étalonnage. Diluer jusqu'au trait repère avec l'acide chlorhydrique dilué 1 + 3 (4.3). Répéter la mesure.

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, les mêmes quantités de ces acides doivent être utilisées pour la préparation de la solution d'essai à blanc.