
**Caoutchouc — Piégeage et
identification des composés
volatils des fumées de procédés du
caoutchouc, par échantillonnage actif
sur un sorbant de type poly(oxyde de
2,6-diphénylphénylène), en utilisant
une méthode par thermodésorption et
chromatographie en phase gazeuse avec
détection par spectrométrie de masse**

ISO/TS 17796:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9ac41-52ec-4ef1-a7bf-0952f14f72/iso-ts-17796-2013>
*Rubber — Trapping and identification of volatile components of
rubber fumes with active sampling on a poly(2,6-diphenylphenylene
oxide) type sorbent, using thermodesorption and gas
chromatographic method with mass spectrometric detection*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 17796:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Principe	2
4 Prélèvement	2
4.1 Équipement.....	2
4.2 Conditions opératoires.....	3
4.3 Mode opératoire.....	3
5 Désorption thermique, chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse	4
5.1 Généralités.....	4
5.2 Réactifs.....	4
5.3 Appareillage.....	4
5.4 Mode opératoire.....	4
6 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Exemple d'application sur un mélange de laboratoire EPDM/peroxyde	7
Annexe B (informative) Exemple d'application sur un mélange de laboratoire NR	10
Bibliographie	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17796:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2, www.iso.org/directives.

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues, www.iso.org/brevets.

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

[ISO/TS 17796:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013>

Caoutchouc — Piégeage et identification des composés volatils des fumées de procédés du caoutchouc, par échantillonnage actif sur un sorbant de type poly(oxyde de 2,6-diphénylphénylène), en utilisant une méthode par thermodésorption et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode qualitative d'identification des composés volatils des fumées de procédés du caoutchouc par thermodésorption, chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (TD-GC-MS), après piégeage sur un sorbant solide à base de poly(oxyde de 2,6-diphénylphénylène). Elle est applicable à une cartographie des émissions issues de la transformation des composés à base de caoutchouc dans l'air ambiant des lieux de travail et des environnements de stockage.

ATTENTION — Il convient que les personnes utilisant la présente Spécification technique connaissent bien les modes opératoires utilisés pour le mesurage et l'analyse en lien avec la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse. Tous les détails opératoires concernant l'application et le montage des dispositifs de GC-MS sont supposés conformes aux instructions d'utilisation fournies par le fabricant. Par conséquent, le mode opératoire détaillé d'exécution n'est pas inclus dans la présente Spécification technique. La présente Spécification technique spécifie une méthode qualitative ne visant pas les analyses quantitatives.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013>

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

composé organique semi-volatil

COSV

composé organique dont le point d'ébullition se situe entre (240 °C à 260 °C) et (380 °C à 400 °C)

Note 1 à l'article: Cette classification a été définie par l'Organisation mondiale de la santé [4].

Note 2 à l'article: Les points d'ébullition de certains composés sont difficiles, voire impossibles, à déterminer puisque leur décomposition intervient avant l'ébullition à pression atmosphérique. La pression de vapeur constitue un autre critère de classification de la volatilité des composés pouvant servir dans le cadre de la classification de produits chimiques organiques. Les COSV ont des pressions de vapeur comprises entre 10^{-2} kPa et 10^{-8} kPa.

2.2

composé organique volatil

COV

composé organique dont le point d'ébullition se situe entre (50 °C à 100 °C) et (240 °C à 260 °C)

Note 1 à l'article: Cette classification a été définie par l'Organisation mondiale de la santé [4].

Note 2 à l'article: Les points d'ébullition de certains composés sont difficiles, voire impossibles, à déterminer puisque leur décomposition intervient avant l'ébullition à pression atmosphérique. La pression de vapeur constitue un autre critère de classification de la volatilité des composés pouvant servir dans le cadre de la classification de produits chimiques organiques. Les COV ont généralement des pressions de vapeur saturante à 25 °C supérieures à 10^2 kPa.

2.3 composé organique très volatil COTV

composé organique dont le point d'ébullition se situe entre moins de 0 °C et (50 °C à 100 °C)

Note 1 à l'article: Cette classification a été définie par l'Organisation mondiale de la santé [4].

Note 2 à l'article: Les points d'ébullition de certains composés sont difficiles, voire impossibles, à déterminer puisque leur décomposition intervient avant l'ébullition à pression atmosphérique. La pression de vapeur constitue un autre critère de classification de la volatilité des composés pouvant servir dans le cadre de la classification de produits chimiques organiques. Les COTV ont généralement des pressions de vapeur supérieures à 15 kPa.

3 Principe

Les fumées de caoutchouc sont prélevées sur un support adsorbant au moyen d'une pompe. Elles sont extraites du piège par désorption thermique et les substances qui composent les fumées désorbées sont identifiées au moyen d'un spectromètre de masse. La méthode identifie les composants adsorbés sur le support de piégeage utilisé, à l'exception du benzène.

La composition réelle des émissions dépend des ingrédients sélectionnés pour réaliser le mélange et des conditions thermiques et mécaniques appliquées au caoutchouc. En outre, l'humidité de l'environnement est susceptible d'interférer avec la capacité d'adsorption du matériau sorbant.

L'adsorbant est utilisé pour piéger des composés organiques volatils (COV) (point d'ébullition > 50 °C à 100 °C) et semi-volatils (COSV) (point d'ébullition > 240 °C) dans la gamme C6 à C26, qui sont chimiquement stables vis-à-vis d'une température de désorption de 200 °C. Les composés très volatils (COTV) (point d'ébullition d'environ 50 °C à 100 °C) ne sont que partiellement retenus par l'adsorbant. Dans ce cas, un tamis moléculaire carboné ou un tube contenant plusieurs lits d'adsorbants peut représenter un support d'absorption plus adapté.

La limite supérieure de l'étendue d'analyse utile est déterminée par la capacité d'adsorption de l'adsorbant utilisé et par l'étendue dynamique linéaire de la colonne et du détecteur du chromatographe en phase gazeuse ou par la capacité de séparation des échantillons des instruments d'analyse utilisés. La capacité d'adsorption est mesurée en tant que volume de saturation, qui détermine le volume d'air maximal ne devant pas être dépassé lors de l'échantillonnage.

NOTE La décomposition thermique du sorbant peut engendrer de petites quantités de benzène.

4 Prélèvement

4.1 Équipement

4.1.1 Support de piégeage, poly(oxycide de 2,6-diphénylphénylène)¹⁾, en quantité de 180 mg à 200 mg, de granulométrie de 0,18 mm à 0,25 mm (maille 60/80), et de surface spécifique de 20 m²/g à 35 m²/g. Une autre quantité, une autre granulométrie ou une autre surface spécifique peut être choisie si le résultat de l'essai s'avère équivalent.

4.1.2 Tubes à adsorption, tube en acier inoxydable.

4.1.3 Pompe étalonnée.

Étalonner la pompe avec le système de tubes à adsorption préalablement installé, à l'aide d'un débitmètre externe étalonné.

1) Un exemple de poly(oxycide de 2,6-diphénylphénylène) est le Tenax TA®, qui est un exemple de produit approprié disponible commercialement. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

Une extrémité du débitmètre étalonné doit être maintenue à la pression atmosphérique pour assurer son bon fonctionnement.

4.2 Conditions opératoires

4.2.1 Support de piégeage

Reconditionner le matériau sorbant du piège avant le prélèvement, en le chauffant à 300 °C sous gaz inerte pendant 1 h (minimum) à 8 h (maximum). Vérifier la propreté du support de piégeage en procédant à une analyse GC-MS.

Reconditionner les tubes stockés pendant plus de quatre semaines avant le prélèvement.

4.2.2 Débit de prélèvement

Le débit de prélèvement doit être au maximum de 100 ml/min à température ambiante.

4.2.3 Volume de prélèvement

Le volume de prélèvement doit être de 6 l maximum.

Il convient de réaliser l'essai simultanément avec deux tubes de prélèvement en parallèle, au même endroit, en cas de dysfonctionnement du piège ou de résultat d'analyse insatisfaisant. Un seul tube doit être analysé.

iTeh STANDARD PREVIEW

4.3 Mode opératoire (standards.iteh.ai)

Lorsque l'échantillonnage se déroule à un endroit fixe, un site de prélèvement approprié est à choisir. L'endroit du prélèvement doit être proche de la source. Un prélèvement de l'atmosphère ambiante est également admissible. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05c9aca4-52ec-4ef1-a7bd-095afc14f172/iso-ts-17796-2013>

Monter la ligne de prélèvement. La ligne de prélèvement inclut, dans l'ordre suivant, une source d'échantillons, un (des) tube(s) de prélèvement, un régulateur de débit et une pompe. Si plusieurs tubes sont utilisés, pour éviter que le volume de saturation de l'analyte étudié soit dépassé, préparer un système de tubes en les reliant en série à l'aide d'un raccord. Relier la pompe au tube à adsorption ou au système de tubes à l'aide d'un tuyau plastique (PE ou PTFE) ou en caoutchouc. Démarrer la pompe et régler le débit de manière que le volume de prélèvement recommandé soit atteint dans le temps imparti. Le volume d'air à prélever recommandé pour les COV couverts par la présente Spécification technique correspond à un total de 6 l au maximum. Un débit de prélèvement approprié se situe entre 50 ml/min et 100 ml/min. Noter l'heure de début, la température et, si cela s'avère nécessaire pour le calcul, également la pression atmosphérique. À la fin de la période de prélèvement, noter le débit ou enregistrer les lectures. Arrêter la pompe, et noter l'heure, la température et, si nécessaire, la pression atmosphérique. Détacher le tube de prélèvement de la ligne de prélèvement, puis refermer les deux extrémités à l'aide de raccords filetés équipés de ferrules en PTFE.

Si le débit de prélèvement est déterminé à l'aide d'un dispositif de mesure de débit intégré, par exemple un débitmètre massique, relier le tube de prélèvement à la ligne de prélèvement, démarrer la pompe, noter l'heure et le débit ou enregistrer les résultats. Noter la température et, si nécessaire, la pression atmosphérique. Un débit de prélèvement approprié se situe entre 50 ml/min et 100 ml/min. À la fin de la période de prélèvement, noter le débit ou enregistrer les résultats. Arrêter la pompe, puis noter et enregistrer l'heure à laquelle elle a été arrêtée. Détacher le tube de prélèvement de la ligne de prélèvement, puis refermer les deux extrémités à l'aide de raccords filetés équipés de ferrules en PTFE.

Entre le prélèvement et les analyses, les tubes fermés sont conservés à température ambiante dans un récipient à l'abri de toute émission. La durée de conservation ne doit pas dépasser quatre semaines.

5 Désorption thermique, chromatographie en phase gazeuse - spectrométrie de masse

5.1 Généralités

À des fins d'analyse, les composés volatils sont thermiquement désorbés des tubes de prélèvement. Les substances individuelles sont séparées à l'aide d'une colonne capillaire dans un chromatographe en phase gazeuse et détectées à l'aide d'un détecteur à spectrométrie de masse.

5.2 Réactifs

5.2.1 Fluide de refroidissement du piège, utilisé pour abaisser la température du piège à froid dans l'appareil de désorption thermique (inférieure ou égale à -30 °C). De l'azote liquide, ou d'autres procédés (par exemple un dispositif à effet Peltier), sont nécessaires. Un piège à sorbant froid secondaire peut être utilisé pour concentrer les analytes.

5.2.2 Gaz vecteur du chromatographe en phase gazeuse, hélium.

5.3 Appareillage

5.3.1 Appareillage de désorption thermique ou équivalent, pouvant être connecté à un chromatographe en phase gazeuse et chauffé jusqu'à 300 °C .

5.3.2 Chromatographe en phase gazeuse, équipé des accessoires suivants:

- colonne capillaire;
- phase stationnaire: 5 % diphényl, 95 % polydiméthylsiloxane;

L'expérience montre qu'une colonne de 60 m, de diamètre 0,25 μm et d'épaisseur de film 0,20 μm , avec un débit de 1,2 ml/min, est généralement appropriée.

- système d'injection: dépend du système de désorption;
- valeur de division: correctement adaptée à la quantité prélevée;
- programme de température du four: établi pour séparer les composés.

5.3.3 Spectromètre de masse, spectromètre de masse quadripolaire en mode d'ionisation par impact électronique, spécifié comme ci-après:

- température de la ligne de transfert: 300 °C ;
- température de la source d'ions: 230 °C à 300 °C ;
- tension d'ionisation: 70 eV;
- plage de balayage: 25 m/z à 600 m/z;
- mode d'analyse: balayage complet.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Principe

Chauffer le support à 200 °C , puis piéger, à une température inférieure ou égale à -30 °C , les composés volatils générés pendant la période de chauffage. Après avoir procédé à la désorption et au piégeage à froid pour préconcentrer les analytes, commencer les mesures par GC-MS pour obtenir le chromatogramme et les spectres de masse.

5.4.2 Désorption thermique

Les conditions types de désorption pour l'analyse des composés volatils à l'aide d'un piège à froid secondaire et d'un tube de prélèvement contenant 180 mg à 200 mg de sorbant sont:

- température de désorption: 200 °C;
- durée de désorption: 30 min;
- débit du gaz de désorption: 50 ml/min;
- température maximale du piège à froid: 300 °C;
- température minimale du piège à froid: inférieure ou égale à -30 °C;
- température de la ligne de transfert: 250 °C minimum;
- rapports de division: il convient de choisir les rapports de division entre le tube de prélèvement et le piège secondaire, d'une part, et entre le piège secondaire et la colonne d'analyse (le cas échéant), d'autre part, en fonction de la concentration atmosphérique attendue. (Voir les manuels d'utilisation des fabricants respectifs de l'appareillage de désorption thermique.).

5.4.3 Analyses

Pour l'identification de substances individuelles, non ciblées, analyser les échantillons à l'aide d'un spectromètre de masse fonctionnant en mode balayage. Identifier les substances détectées dans l'échantillon à l'aide du chromatogramme d'ions totaux issu du signal du spectromètre de masse et du temps de rétention des composés. Les substances sont identifiées en comparant les spectres de masse inconnus aux spectres de masse de référence enregistrés dans une bibliothèque de substances pures. Cette opération est généralement exécutée par des algorithmes spécialisés intégrés au logiciel de l'équipement GC-MS. Le degré de concordance est indiqué par un indice de concordance spécifique. La comparaison visuelle des spectres de masse par l'analyste détermine l'acceptation du résultat de concordance.

NOTE De manière générale, et à titre indicatif, un indice de corrélation supérieur à 90 % ou un étalon de référence avec un temps de rétention et un spectre de masse permettront d'identifier correctement la substance.

L'identification de la substance et l'acceptation des spectres de masse proposés issus d'une recherche en bibliothèque doivent être validées par l'opérateur.

5.4.4 Vérification du système

5.4.4.1 Analyse de l'essai à blanc

Un tube de prélèvement contenant un sorbant, conditionné conformément à [4.2.1](#), est analysé dans les conditions décrites en [5.4.3](#). Le chromatogramme obtenu ne doit présenter aucun pic.

5.4.4.2 Analyse d'un étalon témoin

Pour la qualification du système TD-GC-MS et de sa sensibilité, un mélange témoin doit être analysé à titre d'étalon. Le mélange est constitué de substances modèles dissous dans un solvant approprié. Un tube de prélèvement contenant un sorbant doit être dopé avec un volume défini injecté au moyen d'une micro-seringue en surface du matériau sorbant dans le tube. Un volume défini d'air pur doit ensuite être pompé à travers le tube de prélèvement conformément au mode opératoire de prélèvement décrit plus haut. Le volume de saturation est à vérifier au moyen d'un second tube connecté en aval du premier. Les deux tubes doivent être analysés conformément au mode opératoire décrit en [5.4](#).

Le chromatogramme TD-GC-MS doit présenter tous les pics des composants témoins et un rapport signal sur bruit minimum de 3 sur 1 doit être atteint.