
**Caoutchouc — Détermination de la
teneur en métal par spectrométrie
d'absorption atomique —**

**Partie 4:
Dosage du manganèse**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
*Rubber — Determination of metal content by atomic absorption
spectrometry —
Part 4: Determination of manganese content*

ISO 6101-4:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fd79bb70-5e96-43d7-a020-7130b50d4ad9/iso-6101-4-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6101-4:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fd79bb70-5e96-43d7-a020-7130b50d4ad9/iso-6101-4-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Prise d'essai.....	4
7.2 Préparation de la solution d'essai.....	4
7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage.....	5
7.4 Dosage.....	5
7.5 Essai à blanc.....	6
7.6 Nombre de dosages.....	6
8 Expression des résultats	6
9 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Méthode par ajouts dosés	9
Annexe B (informative) Fidélité	11
Bibliographie	13

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fd79bb70-5e96-43d7-a020-7130b50d4ad9/iso-6101-4-2014>
 (standards.iteh.ai)

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir 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 (voir www.iso.org/patents).

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.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien URL suivant : Foreword - Supplementary information
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fd79bb70-5e96-43d7-a020-7130b50d4ad9/iso-6101-4-2014>

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6101-4:1997), dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 6101 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc — Détermination de la teneur en 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*
- *Partie 6: Dosage du magnésium*

Caoutchouc — Détermination de la teneur en métal par spectrométrie d'absorption atomique —

Partie 4: Dosage du manganèse

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 6101 connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 6101 n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur 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.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6101 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique pour le dosage du manganèse dans les caoutchoucs.

La méthode est applicable aux caoutchoucs bruts et aux produits en caoutchouc dont la teneur en manganèse est supérieure à 0,5 ppm. Des teneurs en manganèse inférieures à cette limite peuvent être déterminées, à condition de modifier de manière appropriée la masse de la prise d'essai et/ou les concentrations des solutions utilisées. L'emploi de la méthode par ajouts dosés permet d'abaisser la limite inférieure de détection.

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 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

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

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

ISO 1772, *Creusets de laboratoire en porcelaine et en silice*

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

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

3 Principe

Une prise d'essai est calcinée à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ conformément à l'ISO 247, méthode A. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique ou de l'acide nitrique, la solution est aspirée dans un spectromètre d'absorption atomique et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 279,5 nm, en utilisant une

lampe à cathode creuse au cuivre comme source d'émission du cuivre. Les silicates éventuellement présents sont volatilés par l'acide sulfurique et l'acide fluorhydrique.

NOTE L'ISO 6955:1982, *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, sauf indications contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,18 \text{ Mg/m}^3$, 37 % (m/m).

4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 2, diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (4.1) avec 2 volumes d'eau.

4.3 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84 \text{ Mg/m}^3$, 95 % à 97 % (m/m).

4.4 Acide sulfurique, dilué 1 + 3, verser, avec précaution, 1 volume d'acide sulfurique concentré (4.3) dans 3 volumes d'eau.

4.5 Acide fluorhydrique, $\rho_{20} = 1,13 \text{ Mg/m}^3$, 38 % (m/m) à 40 % (m/m).

4.6 Acide nitrique concentré, $\rho_{20} = 1,41 \text{ Mg/m}^3$, 65 % (m/m).

4.7 Acide nitrique dilué, 1,6 % (en masse), soigneusement préparé par pipetage de 11,5 m³ d'acide nitrique concentré (4.6) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³, remplir jusqu'au trait avec de l'eau et bien mélanger.

4.8 Manganèse, solution étalon mère contenant 1 g de Mn par 1 000 cm³.

Utiliser soit une solution étalon de manganèse disponible dans le commerce, ou la préparer de la façon suivante.

En utilisant du manganèse électrolytique de pureté $\geq 99,9 \%$, débarrasser la surface des oxydes de manganèse éventuellement présents en plaçant quelques grammes du métal dans un bécher contenant 60 cm³ à 80 cm³ d'acide sulfurique dilué 1 + 3 (4.4) et environ 100 cm³ d'eau. Agiter et, après quelques minutes, décanter la solution acide et verser de l'eau dans le bécher. Répéter la décantation et le lavage avec de l'eau, plusieurs fois. Mettre le métal de manganèse dans de l'acétone et agiter. Décanter l'acétone, sécher le métal dans l'étuve à air chaud (voir 5.14) réglée à 100 °C \pm 5 °C durant environ 2 min, et laisser refroidir dans un dessiccateur.

Dans un bécher de 600 cm³ de forme haute, peser, à 0,1 mg près, 1 g de ce métal de manganèse purifié, et dissoudre dans 40 cm³ d'acide sulfurique dilué 1 + 3 (4.4) et environ 80 cm³ d'eau. Faire bouillir la solution durant quelques minutes. Laisser refroidir et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ (voir 5.5). Diluer au trait repère et bien mélanger.

1 cm³ de cette solution étalon mère contient 1 000 μg de Mn.

4.9 Manganèse, solution étalon contenant 10 mg de Mn par 1 000 cm³.

Introduire soigneusement, à l'aide d'une pipette 10 cm³ de la solution étalon mère de manganèse (4.8) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ (voir 5.5), diluer jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 2 (4.2) ou de l'acide nitrique dilué (4.7), et bien mélanger.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

1 cm³ de cette solution étalon contient 10 µg de Mn.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, ainsi que les suivants.

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté en acétylène et en air, comprimés respectivement à au moins 60 kPa et 300 kPa, ainsi que d'une lampe à cathode creuse au manganèse comme source d'émission du manganèse.

L'instrument doit être utilisé conformément aux instructions du fabricant pour obtenir la performance optimale.

On peut utiliser, en variante, un **appareil à atomisation électrothermique (four à graphite)**. Il doit être utilisé par une personne compétente conformément aux instructions du fabricant pour obtenir la performance optimale.

5.2 Balance, précise à 0,1 mg.

5.3 Four à moufle, réglable à 550 °C ± 25 °C.

5.4 Creuset filtrant en verre, dimension de pore de 16 µm à 40 µm (classe de porosité P 40 conformément à l'ISO 4793).

5.5 Fioles jaugées à un trait, avec bouchons en verre, de capacités de 50 cm³, 100 cm³, 200 cm³, 500 cm³, et 1 000 cm³, conformes aux exigences de l'ISO 1042, classe A.

5.6 Pipettes jaugées, de capacité de 5 cm³, 10 cm³, 20 cm³, et 50 cm³, conformes aux exigences de l'ISO 648, classe A.

5.7 Pipette graduée, d'une capacité de 1 cm³, conforme aux exigences de l'ISO 835, classe A.

5.8 Plaque chauffante électrique, ou bain de sable chauffé.

5.9 Bain de vapeur.

5.10 Tige de platine ou de verre borosilicaté, destinée à être utilisée comme agitateur.

5.11 Creuset (en platine), d'une capacité de 50 cm³ à 150 cm³ suivant l'importance de la prise d'essai.

5.12 Creuset (en silice, en porcelaine, ou en verre borosilicaté), d'une capacité de 50 cm³ à 150 cm³ suivant l'importance de la prise d'essai, conforme aux exigences de l'ISO 1772.

5.13 Papier filtre, sans cendre.

5.14 Étuve à air, pouvant être maintenu à une température de 100 °C ± 5 °C.

6 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage de la façon suivante:

- caoutchouc brut: conformément à l'ISO 1795;
- latex: conformément à l'ISO 123;

— produits: de manière que l'échantillon soit représentatif de la totalité du lot.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g à 5 g de produit caoutchouc et 5 g à 10 g de caoutchouc brut, broyé ou finement haché dans un creuset approprié. Envelopper l'échantillon dans du papier sans cendre et le placer dans un creuset approprié (5.11 ou 5.12). L'importance de la prise d'essai doit être jugée d'après la connaissance que l'on a, au préalable, de la quantité approximative de manganèse en présence.

7.2 Préparation de la solution d'essai

7.2.1 Destruction de la matière organique

Procéder à la calcination de la prise d'essai conformément à la méthode A de l'ISO 247, dans le four à moufle (5.3), maintenu à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. Si les cendres sont noires, en raison de la présence de petites quantités de noir de carbone, agiter soigneusement à l'aide de la tige de platine ou de verre borosilicaté (5.10) et poursuivre le chauffage.

7.2.2 Dissolution du résidu inorganique en utilisant de l'acide chlorhydrique

Après calcination, laisser refroidir le creuset et son contenu jusqu'à température ambiante. Ajouter 20 cm^3 d'acide chlorhydrique concentré (4.1). Chauffer le mélange sur le bain de vapeur (5.9) pendant au moins 10 min. Ne pas laisser bouillir le mélange réactionnel. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante et transvaser quantitativement la solution, à l'aide d'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 50 cm^3 (5.5). Si les cendres ne sont pas complètement dissoutes, procéder de la façon suivante.

Transférer quantitativement la solution et les cendres non dissoutes, à l'aide d'eau, dans le creuset en platine (5.10). Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (4.3) et 5 cm^3 d'acide fluorhydrique (4.5). Chauffer sur la plaque chauffante électrique ou le bain de sable (5.8) sous une hotte à fumées et évaporer jusqu'à siccité en remuant avec la tige de platine ou de verre borosilicaté (5.10). Répéter cette digestion avec les mêmes quantités d'acide sulfurique et d'acide fluorhydrique, deux fois encore.

Laisser refroidir jusqu'à température ambiante, ajouter 20 cm^3 d'acide chlorhydrique concentré (4.1), chauffer pendant 10 min et transférer quantitativement à l'aide d'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 50 cm^3 (5.5).

Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et bien mélanger. Si des matières insolubles se déposent, filtrer celles-ci au travers du creuset filtrant (5.4) immédiatement avant de réaliser les mesures spectrométriques conformément à 7.3.

Il convient que les solutions d'essai contiennent approximativement 12 % d'acide chlorhydrique. Si l'évaporation, etc., a réduit ou augmenté cette concentration, l'ajuster en conséquence en ajoutant de l'acide chlorhydrique concentré (4.1) ou de l'eau.

7.2.3 Dissolution de résidu minéral en utilisant de l'acide nitrique – Méthode alternative

Ajouter 10 cm^3 d'acide nitrique dilué (4.7) au résidu refroidi. Couvrir avec un verre de montre et chauffer sur le bain de vapeur (5.9) pendant au moins 30 min. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Filtrer le contenu du creuset dans une fiole jaugée à un trait de 50 cm^3 , rincer le creuset et remplir jusqu'au repère avec de l'acide nitrique dilué (4.7).

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

7.3.1.1 Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 100 cm³ (5.5), introduire à l'aide de pipettes (5.6) les volumes de la solution étalon de manganèse (4.9) indiqués dans le [Tableau 1](#). Diluer jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 2 (4.2) ou de l'acide nitrique dilué (4.7) et bien mélanger.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Volume de solution étalon de manganèse cm ³	Masse de manganèse contenue dans 1 cm ³ µg
25	2,5
10	1
5	0,5
2	0,2
0	0

7.3.1.2 Préparer la série de solutions d'étalonnage immédiatement avant la détermination.

7.3.2 Mesurages spectrométriques

Mettre en marche le spectromètre (5.1) assez longtemps à l'avance afin d'assurer la stabilisation. La lampe à cathode creuse au cuivre étant orientée de manière appropriée, régler la longueur d'onde à 279,5 nm et la sensibilité ainsi que l'ouverture de la fente conformément aux caractéristiques de l'instrument.

Régler les pressions et les débits de l'air et de l'acétylène conformément aux instructions du fabricant, de manière à obtenir une flamme oxydante d'un bleu clair non lumineux, appropriée aux caractéristiques du spectromètre particulier utilisé.

Aspirer la série de solutions d'étalonnage successivement dans la flamme et mesurer l'absorbance de chaque solution deux fois, faire la moyenne des lectures. Veiller à ce que la vitesse d'aspiration demeure constante au cours de cette opération. S'assurer qu'au moins une des solutions d'étalonnage corresponde au niveau de l'analyte trouvé dans le caoutchouc soumis à essai ou lui soit inférieure.

Aspirer de l'eau par le brûleur après chaque mesurage.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, par exemple, les masses de manganèse, en microgrammes, contenues dans 1 cm³ des solutions d'étalonnage en abscisses, et les valeurs correspondantes d'absorbance, corrigées d'après l'absorbance du terme zéro de la gamme des solutions d'étalonnage, en ordonnées. Représenter les points sur la courbe par la meilleure ligne droite appréciée visuellement ou calculée selon la méthode des moindres carrés.

7.4 Dosage

7.4.1 Mesurages spectrométriques

Effectuer en double les mesurages spectrométriques à une longueur d'onde de 279,5 nm sur la solution d'essai préparée au [7.2.2](#), en suivant le mode opératoire spécifié au [7.3.2](#).