Norme internationale

ISO 21396

Première édition
2026-11

Caoutchouc — Détermination de la concentration massique en particules d'usure des pneumatiques et de la route (TRWP) dans le sol et les sédiments — Méthode par pyrolyse-GC/MS

Rubber — Determination of the mass concentration of tyre and road wear particles (TRWP) in soil and sediment — Pyrolysis-gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) method

Sample Document
iTeh Standards (https://standards.iteh.ai)

Numéro de référence
ISO 21396:2026(fr)

© ISO 2026

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

Tous droits réservés.

La présente publication de l'ISO est protégée par le droit d'auteur et demeure la propriété de l'ISO et/ou de ses concédants de licence.

Le contenu de la présente publication de l'ISO est fourni sous licence, et n'est pas vendu. Son utilisation est soumise aux conditions de licence applicables définies par l'ISO, un organisme membre de l'ISO, ou un distributeur tiers agréé.

Sous réserve des besoins liés à sa mise en œuvre ou d'une autorisation expresse prévue aux termes d'une licence distincte, aucune partie de la présente publication de l'ISO ne peut être reproduite, distribuée, modifiée, utilisée ou mise à disposition sous quelque forme ou par quelque moyen que ce soit – électronique ou mécanique, y compris la photocopie, la numérisation, l'enregistrement ou la publication sur des plateformes numériques internes ou externes.

Toute utilisation hors du champ d'application des droits accordés est interdite et peut donner lieu à des poursuites judiciaires.

ISO copyright office
Case postale 401 • CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
5 Réactifs et matériels **3**
6 Appareillage **3**
7 Laboratoire de préparation des échantillons **5**
8 Gamme de mesure **5**
9 Limite de détection **6**
10 Mode opératoire **6**
10.1 Généralités 6
10.2 Collecte d'échantillons 6
10.3 Préparation de l'étalon interne deutéré 7
10.4 Préparation de la courbe d'étalonnage 7
10.4.1 Solutions mères 7
10.4.2 Courbe d'étalonnage 8
10.5 Préparation de l'échantillon 9
10.5.1 Généralités 9
10.5.2 Séchage à l'étuve 9
10.5.3 Tamisage et homogénéisation 9
10.5.4 Prétraitement de l'échantillon 9
10.6 Mesurage de l'échantillon 10
10.6.1 Masse de l'échantillon 10
10.6.2 Ajout de l'étalon interne 10
10.6.3 Mesurage par pyrolyse-GC-MS 10
11 Analyse **11**
11.1 Généralités 11
11.2 Limite de détection des TRWP (LOD) 11
11.3 Quantité de polymère de pneumatique dans l'échantillon 11
11.4 Concentration massique de TRWP dans l'échantillon 12
12 Caractéristiques de performance **12**
12.1 Généralités 12
12.2 Caractéristiques de performance spécifiques 12
13 Rapport d'essai **12**
Annexe A (informative) **Recette pour les courbes d'étalonnage et les solutions mères** **14**
Annexe B (informative) **Conditions instrumentales** **16**
Annexe C (informative) **Courbes d'étalonnage représentatives et pyrogrammes d'ions totaux** **18**
Annexe D (informative) **Calcul des limites de détection des TRWP** **23**
Annexe E (normative) **Calcul des résultats à l'aide de marqueurs dimériques** **25**
Annexe F (informative) **Fidélité** **30**
Bibliographie **31**

Sample Document
Full document from standards.iteh.ai

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Sample Document
get full document from standards.iteh.ai

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45 *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO/TS 21396:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

— ajout d'informations relatives aux conditions d'instrumentation pour le pyrolyseur à microfourneau et le pyrolyseur résistif au 6.2.5.1;

— ajout de recommandations concernant le prétraitement chimique des échantillons au 10.5.4;

— révision de la méthode de calcul pour tenir compte des différences de microstructure de l'élastomère entre les étalons d'étalonnage et la bande de roulement moyenne disponible sur le marché;

— ajout du marqueur 4-phénylcyclohexène dans les Articles 4, 8, 10.1, 10.3, 10.4.2, 10.6.3.4, 11.1 et 11.4, ainsi que dans les Annexes C, D et E.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

Introduction

Les particules d'usure des pneumatiques et de la route (TRWP) sont générées par l'abrasion des bandes de roulement de pneumatiques par la surface de la chaussée, et la libération subséquente de particules dans l'environnement. Les TRWP se composent de particules de bandes de roulement de pneumatiques incluant des matériaux provenant de la surface des revêtements routiers (Kreider et al. 2010[1]). La fraction d'élastomères dans les TRWP présentes dans les sols ou les sédiments est quantifiée, dans le présent document, par pyrolyse-GC-MS directe (chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse). La concentration massique peut être exprimée sur la base du polymère caoutchouc, de la bande de roulement de pneumatique, ou de TRWP. Cette méthode a été utilisée pour mesurer la concentration dans les échantillons de sols et sédiments (Unice et al. 2012[2]; Unice et al. 2013[3]; Barber et al. 2023[4]). La concentration de TRWP dans les fractions de $PM_{2.5}$ et PM_{10} aéroportée est déterminée par une méthode similaire (Panko et al. 2013[5]; Panko et al. 2019[6]).

Des marqueurs chimiques spécifiques sont générés par pyrolyse de TRWP intactes présentes dans un échantillon. Les marqueurs chimiques sont des fragments dimérique caractéristiques et spécifiques obtenus par pyrolyse de polymères constituant les bandes de roulement des pneumatiques de véhicule de tourisme et de poids lourds, incluant le caoutchouc butadiène, le caoutchouc styrène-butadiène et le caoutchouc isoprène. Les fragments de polymères générés par pyrolyse des échantillons sont ensuite séparés par chromatographie en phase gazeuse (GC) et identifiés par spectrométrie de masse (MS). La concentration massique des TRWP est calculée à l'aide d'un taux moyen des polymères de bandes de roulement de pneumatiques utilisés sur le marché et en utilisant la teneur en minéraux contenus dans les TRWP préalablement caractérisée. La spécificité quant aux polymères de caoutchouc est assurée par quantification de fragments dimériques composés de deux unités monomères (Kitamura et al. 2007[7]; Harada et al. 2009[8]). La répétabilité est assurée par l'utilisation d'un étalon interne deutéré présentant une structure polymérique similaire à celle des polymères de bandes de roulement de pneumatiques. L'étalon interne permet de corriger la variabilité du rendement de génération des analytes induite par les effets de matrice et la variabilité temporelle de la réponse instrumentale. La méthode convient pour surveiller les variations de concentrations en TRWP dans les sols et sédiments au cours du temps.

NOTE Les particules d'usure de pneumatiques et de la route sont une masse discrète de particules allongées générées à l'interface de frottement entre le pneumatique et la surface de la route pendant la durée de vie d'un pneumatique. Ces particules sont constituées de bande de roulement de pneumatique avec des inclusions minérales provenant de la surface de la route.

Sample Document
Get full document from standards.iteh.ai

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Caoutchouc — Détermination de la concentration massique en particules d'usure des pneumatiques et de la route (TRWP) dans le sol et les sédiments — Méthode par pyrolyse-GC/MS

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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 d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation, ou la génération de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant leur manipulation et leur élimination en toute sécurité après usage.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la concentration massique (µg/g) des particules d'usure des pneumatiques et de la route (TRWP) dans des échantillons environnementaux de sol ou de sédiments.

Sample Document

Le présent document établit les principes pour la collecte d'échantillons de sol ou de sédiments, la génération de fragments pyrolytiques à partir de l'échantillon, et la quantification des fragments de polymères.

get full document from standards.iteh.ai

Le présent document est applicable aux échantillons environnementaux provenant du sol ou des sédiments.

Le présent document n'est pas applicable aux échantillons environnementaux provenant de l'air ambiant et des eaux ambiantes.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 17257, *Caoutchouc — Identification des polymères — Méthode par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse*

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse https://www.electropedia.org/

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

3.1
étalon interne deutéré
polymère à base de monomère contenant au moins une molécule de deutérium ajouté à un échantillon en quantité fixe presque identique à l'analyte cible, utilisé pour corriger la dérive de l'instrument et l'interférence de la matrice

3.2
masse sèche
masse de solides séchée dans une étuve pendant une durée et une température déterminée

3.3
masse humide
masse du solide avant séchage en étuve

3.4
contrôle
mesure répétée pour suivre les variations au cours d'une période donnée

3.5
pourcentage de masse sèche
masse sèche (3.2) des solides de l'échantillon exprimée en pourcentage de la *masse humide* (3.3) de l'échantillon

3.6
analyse par pyrolyse
décomposition de molécules de polymères organiques en fragments caractéristiques séparés par chromatographie en phase gazeuse (GC) et quantifiés par spectrométrie de masse (MS)

Sample Document

4 Principe

Le polymère de la bande de roulement des pneumatiques est quantifié en utilisant une calibration avec standard interne et l'aire de pic des ions caractéristiques des fragments dimériques du polymère brut par pyrolyse-GC-MS. Les produits de décomposition thermique des polymères réticulés à base de caoutchouc naturel (NR) (CAS Registry Number®[1] 9006-04-6), de caoutchouc styrène-butadiène (SBR) (CAS RN® 9003-55-8) et de caoutchouc butadiène (BR) (CAS RN® 9003-17-2), dépendent de l'abondance des polymères dans l'échantillon. La pyrolyse du SBR génère du butadiène (CAS RN® 106-99-0), du 4-Vinylcyclohexène (dimère de butadiène, VHC) (CAS RN® 4994-16-5), du styrène (CAS RN® 100-42-5), et du 4-phénylcyclohexène (PCH) (CAS RN® 4994-16-5), tandis que la pyrolyse du BR génère uniquement un monomère de butadiène et du VHC (Miller et al. 2022[9]). Le NR est associé à un monomère d'isoprène (CAS RN® 78-79-5) et au dipentène (dimère d'isoprène, DP) (CAS RN® 138-86-3). La quantification de la fraction synthétique (SBR et BR) en utilisant le marqueur VCH est préférée en raison d'un facteur de réponse et d'une contribution supérieure par contrairement au marqueur permettant d'estimer uniquement la fraction polymérique sur la base du SBR. (Miller et al. 2022[11]).

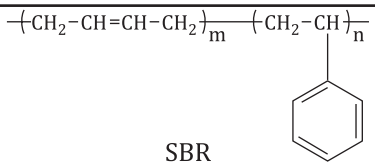
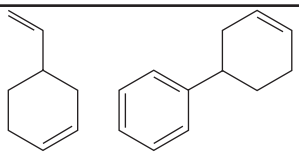
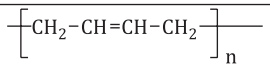
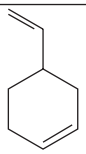
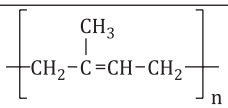
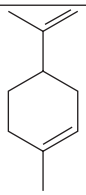
Les fragments dimériques présentent une bonne spécificité pour les polymères de caoutchouc, alors que les substances organiques aussi bien anthropiques que naturelles sont des sources de marqueurs monomériques (Kitamura 2007[7]). Par conséquent, les marqueurs pyrolytiques monomériques sont sujets aux interférences provenant de sources environnementales autres que les TRWP et ne conviennent pas pour la quantification de la concentration en masse de TRWP dans le sol ou les sédiments. Un exemple bien connu est le styrène, généré indifféremment par pyrolyse de caoutchouc SBR et de particules de gaz d'échappement de moteurs diesels (Pierson and Brachaczek 1974[10]). Les polymères utilisés dans la fabrication de pneumatiques et leurs fragments pyrolytiques dimériques associés pour la quantification des TRWP sont indiqués dans le Tableau 1.

1) «CAS Registry Number®» est une marque déposée de l'American Chemical Society (ACS). Cette information est fournie pour la commodité des utilisateurs du présent document et ne constitue pas une approbation par l'ISO du produit mentionné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026

Tableau 1 — Fragments pyrolytiques dimériques des polymères caoutchouc utilisés dans les pneumatiques

Formule du polymère	Dimère
 SBR	 VCH PCH
 BR	 VCH
 NR	 DP

5 Réactifs et matériels

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

Sample Document

5.1 Chloroforme, de qualité analytique. (non-deutéré CAS RN® 67-66-3 ou deutéré CAS RN® 865-49-6).

get full document from standards.iteh.ai

5.2 Hélium, d'une pureté de 99,999 5 % par volume. (CAS RN® 7440-59-7).

5.3 Hydroxyde de potassium à 10 % (100 g/l), de pureté > 86 % par volume. (CAS RN® 1310-58-3).

5.4 Eau purifiée, ultrapure de Type I.

5.5 Poly(1,4-isoprène) deutéré (d-IR), pour étalonnage interne.

5.6 Polystyrène polybutadiène deutéré (d-PSPB), copolymère statistique pour étalonnage interne.

5.7 Caoutchouc poly(1,4-isoprène) (IR) (CAS RN® 9003-31-0), copolymère statistique en qualité de polymère de calibration.

5.8 Caoutchouc styrène-butadiène (SBR), pour polymère de calibration.

6 Appareillage

6.1 Échantillonnage du sol ou des sédiments — Équipement et consommables

6.1.1 Dispositif d'échantillonnage

Le dispositif d'échantillonnage doit être adapté à la collecte d'échantillons de sol ou de sédiments Les dispositifs appropriés comprennent des truelles manuelles en acier inoxydable pré-nettoyées, des outils de carottage ou des dispositifs de dragage à benne preneuse. Le prélèvement d'un échantillon de sédiments à l'aide d'une drague à benne preneuse est illustré à la Figure 1.

© ISO 2026 – Tous droits réservés

ISO 21396:2026 • https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8e4dd8bc-534c-42e9-8660-ae06582c2f86/iso-21396-2026