
Norme internationale



6225/1

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en
huile de ricin —**

**Partie 1 : Détermination de la teneur en glycérides d'huile
de ricin — Méthode par chromatographie en couche
mince**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Rubber, raw, natural — Determination of castor oil content — Part 1 : Determination of castor oil glycerides content — Thin layer chromatographic method

[ISO 6225-1:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984)

Première édition — 1984-04-15

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984>

CDU 678.062 : 547.426.21 / .23

Réf. n° : ISO 6225/1-1984 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc brut, matière première, essai, dosage, huile de ricin, glycéride.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 6225/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en août 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Hongrie	Sri Lanka
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Indonésie	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Thaïlande
Corée, Rép. de	Malaisie	Turquie
Danemark	Pays-Bas	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
Espagne	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en huile de ricin —

Partie 1 : Détermination de la teneur en glycérides d'huile de ricin — Méthode par chromatographie en couche mince

0 Introduction

Certaines catégories de caoutchouc naturel subissent un traitement à l'huile de ricin pour faciliter le déchetage du caoutchouc au cours de la production. La présente Norme internationale est destinée à faciliter l'estimation de la quantité d'huile de ricin restant dans le caoutchouc.

Le principal constituant de l'huile de ricin, représentant environ 80 à 85 % (*m/m*), est le triglycéride d'acide ricinoléique. Ce triglycéride peut s'hydrolyser partiellement en acide ricinoléique et en glycérol.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6225 spécifie une méthode par chromatographie en couche mince pour la détermination de la teneur en huile de ricin et en glycérides d'huile de ricin du caoutchouc brut.

Elle est applicable à toutes les qualités de caoutchouc naturel. La limite de détection la plus faible des glycérides d'huile de ricin est approximativement de 0,05 %.

NOTE — L'ISO 6225/2 spécifie une méthode de détermination de la teneur en acide ricinoléique total du caoutchouc brut.

2 Références

ISO 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*.

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage*.

ISO 1796, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons*.

ISO 6225/2, *Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en huile de ricin — Partie 2 : Détermination de la teneur en acide ricinoléique total — Méthode par chromatographie en phase gazeuse*.

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai avec de l'acétone, séparation des glycérides d'huile de ricin des autres matières extraites par chromatographie en couche mince, développement des taches des glycérides d'huile de ricin à l'acide molybdophosphorique ou à l'anisaldéhyde, et évaluation visuelle ou spectrométrique.

4 Réactifs

Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être observées lorsqu'on effectue les opérations spécifiées dans la présente partie de l'ISO 6225.

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Gel de silice, qualité pour TLC.

4.2 Solvant de développement.

Préparer un mélange composé d'éther de pétrole (intervalle de distillation : 40 à 60 °C), d'oxyde diéthylique et d'acide acétique cristallisable, dans les proportions respectives, en volume, de 50 : 50 : 1.

4.3 Réactifs pour pulvérisation.

4.3.1 Acide molybdophosphorique, solution éthanolique.

Dissoudre 15 g d'acide molybdophosphorique dans 100 cm³ d'éthanol à 95 % (V/V).

4.3.2 Anisaldéhyde, solution.

Mélanger 10 cm³ d'éthanol, 0,5 cm³ d'acide sulfurique ($\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$) et 0,5 cm³ d'anisaldéhyde.

4.4 Solvants.

4.4.1 Acétone, redistillée.

4.4.2 Dichlorométhane.

4.5 Huile de ricin, solutions étalons.

4.5.1 Peser avec précision $0,5 \pm 0,01 \text{ g}$ d'huile de ricin (les qualités pharmaceutiques donnent satisfaction) et préparer une solution mère en diluant à 100 cm³ avec du dichlorométhane (4.4.2) dans une fiole jaugée à un trait (5.8).

4.5.2 Diluer des parties aliquotes de 2; 4; 6; 8 et 10 cm³ de la solution mère (4.5.1) à 10 cm³ avec du dichlorométhane (4.4.2)

dans des fioles jaugées à un trait (5.8) pour obtenir des solutions correspondant à 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 et 1,0 % (*m/m*) d'huile de ricin, par rapport au caoutchouc, lorsque 5 g de caoutchouc sont prélevés en vue de l'analyse.

5 Appareillage¹⁾

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil à extraction, entièrement en verre (voir figure 1 ou figure 2 de l'ISO 1407).

5.2 Bain d'eau, ou chauffe-ballon électrique.

5.3 Plaque pour chromatographie en couche mince (TLC), de 200 mm × 200 mm de dimensions, revêtue d'une couche de gel de silice (4.1) de 0,25 mm d'épaisseur. Des plaques du commerce peuvent également être utilisées.

5.4 Applicateur couche mince.

5.5 Bac à développement, de dimensions suffisantes pour maintenir la plaque pour TLC (5.3).

5.6 Appareillage à pulvérisation, pour le réactif pour pulvérisation (4.3).

5.7 Étuve, réglable à 100 ± 5 °C.

5.8 Fioles jaugées à un trait, de 5; 10 et 100 cm³ de capacités.

5.9 Spectromètre, capable de mesures précises (± 1 % de l'absorption totale à 700 ± 1 nm) et équipé de cuves de 10 mm de parcours optique.

Régler le spectromètre selon les instructions du fabricant afin d'en obtenir les résultats les meilleurs.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever une pièce de caoutchouc d'au moins 10 g dans la balle et la couper en petits morceaux (environ 1 mm × 3 mm).

S'il existe un excès d'huile de ricin, la surface de la balle est sujette à paraître huileuse. Dans ce cas, choisir un nombre suffisant de pièces, d'au moins 10 g chacune, afin d'obtenir une représentation adéquate. Préparer et analyser chaque pièce séparément, en évitant une contamination entre elles au cours de la préparation.

NOTE — Étant donné qu'il peut y avoir une forte concentration d'huile de ricin sur la surface d'une pièce, un peu de cette huile peut être perdu, la méthode d'homogénéisation décrite dans l'ISO 1796 ne peut pas être utilisée.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser avec précision $5 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour essai et les placer dans la cartouche à extraction de l'appareil (5.1). Si l'échantillon se présente sous forme d'une feuille mince, rouler celle-ci en forme de cylindre entre deux morceaux de papier filtre ou de tissu pour éviter l'entrecollage.

7.2 Détermination

7.2.1 Introduire la cartouche dans le godet à siphon et, en utilisant 100 cm³ d'acétone (4.4.1) dans la fiole à extraction, extraire la prise d'essai durant 16 h, en utilisant le bain d'eau ou le chauffe-ballon électrique (5.2) pour maintenir une température suffisante pour le reflux de l'acétone, et remplir le godet à extraction 10 à 20 fois par heure.

7.2.2 Évaporer l'acétone de l'extrait dans la fiole à extraction, par exemple par distillation sur le bain d'eau, jusqu'à l'obtention d'un volume résiduel d'environ 2 cm³.

7.2.3 Transvaser l'extrait dans une fiole jaugée à un trait de 10 cm³ (5.8), rincer avec du dichlorométhane et compléter jusqu'au trait repère avec du dichlorométhane (4.4.2).

7.2.4 Répartir en gouttes 5 µl de la solution d'essai (7.2.3) et 5 µl de chacune des solutions étalons d'huile de ricin (4.5.2) sur la plaque pour TLC (5.3).

7.2.5 Développer la plaque pour TLC jusqu'à une hauteur de 100 mm dans le bac à développement (5.5), en utilisant le solvant de développement (4.2).

7.2.6 Enlever la plaque, la laisser sécher à l'air et pulvériser soit de la solution d'acide molybdophosphorique (4.3.1), soit de la solution d'anisaldéhyde (4.3.2). Faire cuire dans l'étuve (5.7) jusqu'à développement de la couleur des taches sur un fond clair. Cela nécessite environ 10 min.

NOTE — L'acide molybdophosphorique convient pour des caoutchoucs relativement «propres» (c'est-à-dire ceux ayant un faible taux de matières extractibles); cependant, pour certains caoutchoucs moins «propres», la tache de l'huile de ricin la plus importante peut s'interférer avec une autre donnant également une coloration bleue. L'interférence peut être évitée en pulvérisant de la solution d'anisaldéhyde (4.3.2) qui donne des taches initialement mauves, virant rapidement au vert.

1) Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour désigner le centimètre cube (cm³), selon une décision de la 12^e Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est, en général, accepté dans les Normes internationales quand il s'agit de capacités de verrerie jaugée et de volumes liquides. La verrerie marquée de l'une ou l'autre manière peut être utilisée d'une façon satisfaisante avec les modes opératoires décrits dans la présente partie de l'ISO 6225.

7.2.7 Si l'on utilise la solution d'acide molybdophosphorique, procéder comme spécifié de 8.1 à 8.2.4 pour l'estimation visuelle et la détermination spectrométrique de la teneur en huile de ricin. Si l'on utilise la solution d'anisaldéhyde, procéder comme spécifié en 8.1 pour l'estimation visuelle de la teneur en huile de ricin.

NOTE — La méthode par pulvérisation d'anisaldéhyde ne convient pas pour la détermination spectrométrique des glycérides d'huile de ricin.

8 Évaluation

8.1 Comparer l'aire de la plus grande des deux taches bleues, qui correspond au glycéride d'acide ricinoléique (valeur R_f environ 0,2), avec celles des taches dues aux solutions étalons et en déduire visuellement la teneur en huile de ricin, exprimée en pourcentage en masse, de la prise d'essai.

8.2 En variante, si une plus grande précision est désirée, enlever les taches les plus grandes de la plaque par grattage et évaluer la coloration bleue par spectrométrie, de la façon suivante.

8.2.1 Enlever quantitativement par grattage la plus grande des deux taches bleues (voir 8.1) due à la solution d'essai et chacune de celles dues aux solutions étalons et faire macérer avec 1 cm³ d'eau. Centrifuger pour obtenir des solutions limpides. Transférer le liquide surnageant dans une fiole jaugée à un trait de 5 cm³ (ou une fiole plus grande si la solution résultante est trop concentrée) et compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau. Veiller à ce que du gel de silice ne soit pas transféré dans la fiole jaugée.

8.2.2 Mesurer l'absorbance (densité optique) à 700 nm de chacune des solutions (voir 8.2.1) au moyen du spectromètre (5.9). Utiliser l'eau distillée comme liquide de référence.

8.2.3 Tracer une courbe d'étalonnage représentant les variations de l'absorbance en fonction des variations de la teneur en huile de ricin, exprimée en pourcentage en masse, en utilisant les valeurs obtenues pour les taches dues aux solutions étalons.

8.2.4 Lire, sur la courbe d'étalonnage, la teneur en huile de ricin, exprimée en pourcentage en masse, de la prise d'essai.

8.3 Noter le résultat à 0,05 % (m/m) près.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente partie de l'ISO 6225;
- b) identification de l'échantillon;
- c) résultats obtenus et méthode d'évaluation utilisée;
- d) toute circonstance inhabituelle susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats;
- e) date de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6225-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6225-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6225-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b96709df-1a27-458d-b820-cd7c66c0d3cc/iso-6225-1-1984>