

Norme internationale



6225/2

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

**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**

Rubber, raw, natural — Determination of castor oil content — Part 2 : Determination of total ricinoleic acid content — Gas chromatographic method

Première édition — 1983-12-01

CDU 678.062 : 543.8 : 547.475.124

Réf. n° : ISO 6225/2-1983 (F)

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

Prix basé sur 3 pages

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 6225/2 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 :

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

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

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

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 % en masse, est le triglycéride d'acide ricinoléique. Ce triglycéride peut s'hydrolyser partiellement en acide ricinoléique et en glycérol. À condition que le caoutchouc soit stocké dans des conditions normales, la détermination de la teneur en glycérides d'huile de ricin peut donner une bonne indication sur la quantité d'huile de ricin ajoutée au caoutchouc.

L'ISO 6225/1 spécifie une méthode de détermination de la teneur en huile de ricin et en glycérides d'huile de ricin du caoutchouc brut.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6225 spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse pour la détermination de la teneur en acide ricinoléique total du caoutchouc brut. Le résultat peut être exprimé en acide ricinoléique ou en glycérides d'huile de ricin.

Elle est applicable à toutes les qualités de caoutchouc naturel.

2 Références

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

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

ISO 6225/1, *Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en huile de ricin — Partie 1 : Détermination de la teneur en huile de ricin et en glycérides d'huile de ricin — Méthode par chromatographie en couche mince.*¹⁾

3 Principe

Extraction de tout l'acide ricinoléique libre et conversion en acétate de méthylricinoléate.

Extraction des glycérides d'huile de ricin éventuellement présents, hydrolyse en acide ricinoléique et conversion en l'acétate de méthylricinoléate correspondant.

Dosage de l'acétate de méthylricinoléate total par chromatographie en phase gazeuse, par comparaison soit avec un étalon d'acide ricinoléique, soit avec de l'acide ricinoléique préparé par hydrolyse d'un étalon d'huile de ricin.

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, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique.

Dissoudre, avec précaution, 65 g d'hydroxyde de potassium dans 1 dm³ d'éthanol à 95 % (V/V).

4.2 Chlorure de sodium, solution.

Dissoudre 10 g de chlorure de sodium dans 100 cm³ d'eau chaude.

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

4.4 Dichlorométhane.

4.5 Toluène.

4.6 Acide sulfurique, solution méthanolique.

Mélanger, avec précaution, 4 g d'acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$, et 100 cm³ de méthanol.

4.7 Pyridine/anhydride acétique, solution.

Mélanger, avec précaution, des volumes égaux d'anhydride acétique (pureté minimale 97 %) et de pyridine (intervalle de distillation 113 à 117 °C).

1) Actuellement au stade de projet.

4.8 Huile de ricin, solution de référence.

Peser, à 0,1 mg près, 0,05 à 0,10 g d'huile de ricin (les qualités pharmaceutiques donnent satisfaction) et la placer dans un ballon contenant 70 cm³ de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.1).

Chauffer à reflux durant 6 h, en utilisant un réfrigérant (5.2) muni, à son extrémité supérieure, d'un tube de garde pour l'absorption de dioxyde de carbone.

4.9 Acide ricinoléique, solution de référence.

Peser, à 0,1 mg près, 0,05 à 0,10 g d'acide ricinoléique (la qualité technique courante donne satisfaction) et le dissoudre dans 25 cm³ de la solution méthanolique d'acide sulfurique (4.6). Chauffer à reflux la solution durant 2 h, en utilisant un réfrigérant (5.2) muni, à son extrémité supérieure, d'un tube de garde pour l'absorption d'humidité.

5 Appareillage¹⁾

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bain d'eau.

5.2 Réfrigérants à reflux, munis, à leur extrémité supérieure, de tubes de garde pour l'absorption de dioxyde de carbone et d'humidité.

5.3 Chromatographe à gaz, équipé d'un double détecteur à ionisation de flamme.

Pour obtenir un rendement optimal, le chromatographe doit être utilisé par une personne compétente suivant les instructions du fabricant.

5.4 Colonnes pour chromatographie en phase gazeuse.

Différents types de colonnes pour chromatographie en phase gazeuse peuvent être utilisés, à condition qu'il y ait une séparation nette de l'acétate de méthylricinoléate des autres composants.

5.4.1 Colonne polaire.

Acier inoxydable, longueur 2,5 m, diamètre intérieur 4 mm, garnie avec 10 % (m/m) de Carbowax 20 M sur Chromosorb AW-HMDS.

5.4.2 Colonne apolaire.

Acier inoxydable, longueur 2 m, diamètre intérieur 4 mm, garnie avec 10 % (m/m) de caoutchouc de silicone (SE 30) sur Chromosorb AW-HMDS.

5.5 Balance, précise à 0,1 mg.

5.6 Ballons à fond rond, de 50 cm³ de capacité.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever une pièce de caoutchouc d'au moins 12 g dans la balle selon l'ISO 1795 et l'ISO 1796, et la passer une fois entre les cylindres serrés d'un malaxeur de laboratoire afin d'obtenir une feuille mince. Éviter un malaxage trop intensif afin de diminuer la perte d'huile de ricin. Si une feuille mince ne peut pas être obtenue, utiliser le ruban ou les morceaux comme échantillon pour essai.

Si la balle paraît non uniforme, choisir un nombre suffisant de pièces, d'au moins 12 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 — En raison d'une perte possible d'huile de ricin par malaxage intensif du caoutchouc, ne pas utiliser la méthode d'homogénéisation décrite dans l'ISO 1796.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser, avec précision, $10 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour essai tiré au fin et le découper en petit morceaux. Placer les morceaux dans un ballon contenant 70 cm³ de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (4.1). Faire tourner de temps en temps en ajoutant le caoutchouc, pour garder les pièces séparées.

7.2 Détermination

7.2.1 Chauffer à reflux durant 6 h, en utilisant un réfrigérant (5.2) muni, à son extrémité supérieure, d'un tube de garde pour l'absorption de dioxyde de carbone.

7.2.2 À la fin de cette période, enlever le tube de garde et verser quelques centimètres cubes de méthanol par l'intermédiaire du réfrigérant dans le ballon. Enlever le ballon de la source de chaleur, refroidir et transvaser le contenu du ballon dans une capsule à évaporation en porcelaine. Laisser le caoutchouc dans le ballon.

7.2.3 Remettre le ballon contenant le caoutchouc sur le support du reflux, raccorder au réfrigérant et verser 50 cm³ d'eau par l'intermédiaire du réfrigérant dans le ballon.

Chauffer à reflux durant 30 min et transvaser l'extrait refroidi dans la même capsule à évaporation.

7.2.4 Répéter les opérations décrites en 7.2.3, réunir les extraits dans la même capsule à évaporation et rejeter le caoutchouc. Concentrer les solutions sur le bain d'eau (5.1) jusqu'à l'obtention d'un volume résiduel d'environ 30 cm³.

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.

7.2.5 Transvaser la solution dans une ampoule à décanter et laver la capsule à plusieurs reprises avec de l'eau. Ajouter les eaux de lavage au contenu de l'ampoule à décanter.

Acidifier la solution aqueuse avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et extraire avec trois portions de 25 cm³ de dichlorométhane (4.4). Réunir les liquides de lavage au dichlorométhane dans une autre ampoule à décanter.

Laver le dichlorométhane à trois reprises avec 25 cm³ de la solution de chlorure de sodium (4.2) en soutirant chaque fois la phase aqueuse que l'on rejette.

Évaporer le dichlorométhane sur le bain d'eau et dissoudre le résidu dans 25 cm³ de la solution méthanolique d'acide sulfurique (4.6). Chauffer à reflux la solution obtenue durant 2 h, en utilisant un réfrigérant muni, à son extrémité supérieure, d'un tube de garde pour l'absorption d'humidité.

7.2.6 Refroidir le ballon, enlever le tube de garde et verser 100 cm³ d'eau chaude par l'intermédiaire du réfrigérant dans le ballon. Transvaser la solution dans une ampoule à décanter. Laver le ballon à l'aide de petites portions de dichlorométhane et réunir tous les liquides de lavage dans l'ampoule à décanter.

Extraire la solution aqueuse avec quatre portions de 25 cm³ de dichlorométhane et, si la phase aqueuse est encore trouble, répéter l'extraction avec trois portions de 25 cm³ de dichlorométhane.

Laver les solutions réunies de dichlorométhane avec 100 cm³ de la solution de chlorure de sodium (4.2).

Transvaser la solution lavée de dichlorométhane dans une fiole conique et évaporer tout le dichlorométhane.

7.2.7 Dissoudre le résidu dans 2 cm³ de la solution de pyridine/anhydride acétique (4.7).

Chauffer à reflux la solution obtenue dans un ballon à fond rond de 50 cm³ (5.6) durant 3 h, en utilisant un réfrigérant muni, à son extrémité supérieure, d'un tube de garde pour l'absorption d'humidité.

7.2.8 À la fin de cette période, enlever le tube de garde, laisser refroidir le ballon et verser 25 cm³ d'eau chaude par l'intermédiaire du réfrigérant dans le ballon. Chauffer à reflux durant 10 min.

7.2.9 Refroidir le ballon, transvaser la solution aqueuse dans une ampoule à décanter et laver le ballon avec quelques centimètres cubes de dichlorométhane.

Ajouter les liquides de lavage au contenu de l'ampoule à décanter.

Extraire la solution aqueuse avec quatre portions de 25 cm³ de dichlorométhane et réunir les liquides de lavage dans une ampoule à décanter.

Laver les solutions réunies de dichlorométhane avec 100 cm³ de la solution de chlorure de sodium (4.2).

Transvaser la solution lavée de dichlorométhane dans un bécher et évaporer jusqu'à l'obtention d'un volume résiduel d'environ 2 cm³.

7.2.10 Transvaser la solution de dichlorométhane dans une fiole jaugée de 10 cm³ à l'aide de toluène (4.5) et compléter jusqu'au trait repère avec du toluène. (C'est la solution d'essai.)

7.2.11 Régler le chromatographe à gaz (5.3) aux conditions appropriées de fonctionnement. Des températures de colonne et d'injection de l'ordre de 200 °C sont vraisemblablement optimales. Injecter une quantité convenable de la solution d'essai (7.2.10) dans le chromatographe à gaz et enregistrer le chromatogramme. Mesurer l'aire du pic de l'acétate de méthylricinoléate (A_X).

7.2.12 Si la teneur en huile de ricin est à déterminer, traiter la solution de référence d'huile de ricin (4.8) comme spécifié de 7.2.2 à 7.2.10.

Si la teneur en acide ricinoléique total est à déterminer, traiter la solution de référence d'acide ricinoléique (4.9) comme spécifié de 7.2.6 à 7.2.10.

En utilisant la même quantité de la solution de référence traitée que celle utilisée pour la détermination (voir 7.2.11), injecter la solution de référence dans le chromatographe à gaz et enregistrer le chromatogramme. Mesurer l'aire du pic de l'acétate de méthylricinoléate (A_R).

8 Expression des résultats

La teneur en acide ricinoléique total ou en huile de ricin, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_R \times A_X}{m_X \times A_R} \times 100$$

où

m_R est la masse, en grammes, d'acide ricinoléique ou d'huile de ricin présente dans la solution de référence respective;

m_X est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

A_R est l'aire du pic de référence;

A_X est l'aire du pic de la prise d'essai.

NOTE — Si l'huile de ricin utilisée pour la préparation de la solution de référence (4.8) est différente de celle qui est utilisée dans le caoutchouc, la valeur de la teneur en huile de ricin peut ne pas être exacte.

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

9 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente partie de l'ISO 6225;
- identification de l'échantillon;
- résultats obtenus;
- toute circonstance inhabituelle susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats;
- date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6225-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0349684e-5c5f-46f7-9f67-73e180026f68/iso-6225-2-1983>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6225-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0349684e-5c5f-46f7-9f67-73e180026f68/iso-6225-2-1983>