

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9028

Première édition
1989-08-01

Caoutchouc — Dissolution par attaque acide

Rubber — Dissolution by acid digestion

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9028:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989>



Numéro de référence
ISO 9028 : 1989 (F)

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 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9028 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*.
standards.itih.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989

Caoutchouc — Dissolution par attaque acide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la désintégration du caoutchouc brut ou des produits en caoutchouc par l'acide nitrique ou un mélange d'acide nitrique et d'acide sulfurique. L'application de la présente Norme internationale est générale mais elle devient essentielle en présence d'éléments potentiellement volatils ou de combinaisons d'éléments (c'est-à-dire As, Sb, Bi, et Zn + Cl, Cu + Cl et Pb + Cl). Elle est utile dans ces cas précis en raison des basses températures qu'elle nécessite et qui minimisent les pertes par évaporation.

Ces méthodes seront employées pour préparer des solutions permettant la détermination des métaux sous forme de traces, s'il n'est pas conseillé d'appliquer l'ISO 247. Ces méthodes empêchent la perte des dérivés métalliques volatils ou la formation de silicates métalliques insolubles (qui peuvent être produits lors de la calcination sèche des caoutchoucs halogénés contenant du zinc ou des caoutchoucs contenant de la silice).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 124 : 1985, *Latex de caoutchouc — Détermination des matières solides totales.*

ISO 247 : 1978, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1796 : 1982, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

3 Principe

3.1 Méthode A

Attaque par l'acide sulfurique suivie d'une oxydation par l'acide nitrique effectuée dans des fioles sans couvercle.

Le traitement aux acides sulfurique et fluorhydrique pour vaporiser le silicium sous forme de fluorure de silicium et pour former des sulfates métalliques est nécessaire en cas de présence de silicium ou de silicates.

3.2 Méthode B

Dissolution du caoutchouc dans l'acide nitrique dans une cuve sous pression recouverte de polytétrafluoroéthylène.

Le traitement aux acides sulfurique et fluorhydrique pour vaporiser le silicium sous forme de fluorure de silicium et pour former des sulfates métalliques est nécessaire en cas de présence de silicium ou de silicates.

4 Réactifs

ATTENTION — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité connues doivent être observées lors de la manipulation de ces réactifs.

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

4.1 Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84 \text{ Mg/m}^3$).

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

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 2.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (4.2) avec 2 volumes d'eau.

4.4 Acide fluorhydrique ($\rho_{20} = 1,12 \text{ Mg/m}^3$ [38 % (m/m) à 40 % (m/m)]).

4.5 Acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ Mg/m}^3$).

4.6 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Balance, précise à 0,1 mg.

5.2 Fiole jaugée, munie d'un bouchon en verre, de 100 cm³ de capacité, classe A, conforme aux prescriptions de l'ISO 1042.

- 5.3 Creuset en platine**, de 50 cm³ de capacité.
- 5.4 Tige en platine**, utilisée comme agitateur.
- 5.5 Plaque chauffante électrique**, ou brûleur à gaz avec un bain-marie.
- 5.6 Ballon de Kjeldahl**, de 250 cm³ de capacité.
- 5.7 Entonnoir filtrant**, de 65 mm de diamètre.
- 5.8 Pipettes**, 1 cm³, 5 cm³, 10 cm³ et 20 cm³ de capacité respective. La pipette de 5 cm³ doit être en plastique et non en verre étant donné qu'elle est appelée à être utilisée avec de l'acide fluorhydrique.
- 5.9 Cuve sous pression**, non magnétique, en acier inoxydable très résistant, de 20 cm³ à 50 cm³ de capacité, dont les parois sont recouvertes de polytétrafluoroéthylène, munie d'un barreau aimanté également recouvert et d'un thermomètre.
- 5.10 Plaque chauffante électrique**, munie d'un rotor magnétique.

6 Préparation des échantillons

À chaque étape de la préparation des échantillons, veiller à éviter toute contamination.

Pour la détermination des métaux contenus dans le caoutchouc, prélever au moins 2 g de caoutchouc sur l'échantillon, si nécessaire en plusieurs endroits, pour que tout l'échantillon soit correctement représenté. Traiter le ou les morceaux, y compris la prise d'essai, conformément à l'ISO 1796. Pour les produits finis, il est également possible de préparer la prise d'essai en coupant le caoutchouc en petites portions d'environ 0,1 g chacune. Pour la détermination des métaux dans les latex, prélever sur l'échantillon une portion de latex bien mélangé contenant au moins 2 g de matières solides totales et sécher jusqu'à obtention d'une masse constante, conformément à l'ISO 124. La dissolution de cette prise peut être facilitée si elle est laminée en passant six fois entre les rouleaux froids et très rapprochés d'un broyeur de laboratoire, en formant un cylindre avec le caoutchouc après chaque passage et en présentant l'extrémité de ce cylindre devant les rouleaux avant le passage suivant.

7 Modes opératoires

Où la dissolution doit être réalisée sous une hotte bien ventilée, ou l'attaque doit être menée sans que les fumées acides pénètrent dans l'espace de travail du laboratoire.

7.1 Méthode A — Dissolution en flacons ouverts

7.1.1 Placer une prise d'essai (voir article 6) d'au moins 2 g, pesée à 2 mg près, dans le ballon de Kjeldahl (5.6), ajouter 10 cm³ d'acide sulfurique (4.1) et chauffer à feu modéré jusqu'à

ce que la prise d'essai soit désintégrée. Ajouter avec précaution 5 cm³ d'acide nitrique (4.5). Si la réaction devient trop vive, refroidir le ballon dans un béccher contenant de l'eau froide et conserver à température ambiante durant au moins 2 h avant de chauffer à nouveau.

Certains caoutchoucs peuvent provoquer d'importantes écla-boussures; dans ce cas, recommencer l'opération en utilisant un ballon plus grand, faire décomposer avec de l'acide sulfurique et refroidir avant d'ajouter l'acide nitrique. Conserver le mélange pendant une période plus longue, une nuit par exemple, avant de chauffer avec l'acide nitrique.

Dès que la réaction initiale décroît, chauffer doucement le mélange jusqu'à ce que la réaction vive cesse, puis augmenter la température jusqu'à ce que le mélange noircisse.

Ajouter 1 cm³ d'acide nitrique (4.5) et chauffer jusqu'au noircissement. Répéter cette opération jusqu'à ce que la solution devienne incolore ou jaune pâle et ne noircisse plus après un nouveau chauffage.

Si la dissolution se prolonge, il peut être nécessaire d'ajouter environ 1 cm³ d'acide sulfurique (4.1) pour éviter que le contenu du ballon ne se solidifie.

7.1.2 Si la solution obtenue est exempte de matières insolubles, ajouter 0,5 cm³ de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.6) et 2 gouttes d'acide nitrique (4.5) et chauffer jusqu'à ce que le mélange fume. Répéter l'addition et chauffer jusqu'à ce que la couleur de la solution ne pâlisce plus. Refroidir, diluer avec 10 cm³ d'eau et chauffer jusqu'à ce que le mélange fume.

En dernier lieu, refroidir la solution et ajouter 20 cm³ d'acide chlorhydrique dilué (4.3).

Transvaser la solution acide obtenue dans la fiole jaugée (5.2) et rincer le ballon de Kjeldahl avec trois portions de 5 cm³ d'eau qui sont ajoutées à la fiole jaugée. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait repère.

7.1.3 Si la solution obtenue contient des matières insolubles, la refroidir et la transvaser avec le résidu dans le creuset (5.3), en rinçant avec trois portions de 5 cm³ d'eau, évaporer jusqu'à siccité puis calciner jusqu'à ce que tout le carbone ait brûlé.

Certains métaux tels le mercure et l'arsenic peuvent se volatiliser et être perdus. En conséquence, pour ces derniers, ne pas poursuivre le chauffage jusqu'à siccité complète.

Refroidir et ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (4.1) et 5 cm³ d'acide fluorhydrique (4.4). Évaporer jusqu'à siccité sur l'appareil de chauffage (5.5), en remuant avec la tige en platine (5.4). Répéter l'opération deux fois.

Refroidir le creuset et le résidu et ajouter 20 cm³ d'acide chlorhydrique dilué (4.3). Si la solution est limpide, la transvaser dans la fiole jaugée (5.2), en rinçant le creuset avec trois portions de 5 cm³ d'eau. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait repère.

Si la solution n'est pas limpide, filtrer dans la fiole jaugée. Rincer le creuset avec cinq portions de 5 cm³ d'eau, et verser chaque fois sur le filtre dans la fiole jaugée. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait repère.

7.2 Méthode B — Dissolution dans une cuve sous pression

ATTENTION — Au cours de l'essai, la cuve sous pression doit être placée derrière un écran de protection convenable.

7.2.1 Placer une prise d'essai (voir article 6) d'environ 100 mg, pesée à 0,2 mg près, dans la cuve sous pression (5.9). Ajouter le barreau aimanté et rincer avec 5 cm³ d'acide sulfurique (4.1) et 3 cm³ d'acide nitrique (4.5). Fermer la cuve sous

pression conformément aux instructions du fabricant. Insérer le thermomètre. Placer la cuve sous pression sur la plaque chauffante munie du rotor magnétique (5.10). Chauffer la plaque à une température de 135 °C à 145 °C, en mettant en marche le rotor. Continuer à agiter la cuve sous pression à la température indiquée durant 2 h. Laisser refroidir la cuve à température ambiante. Bien essuyer la cuve et l'ouvrir.

7.2.2 Dans la plupart des cas, on trouvera le caoutchouc complètement dissous. Si tel n'est pas le cas, procéder conformément à 7.1.3 dans un creuset ouvert.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9028:1989](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9028:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9028:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9028:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c13838c7-cfc9-49d9-a4d8-9eb27b543479/iso-9028-1989>

CDU [678.4 + .7] : 543.056

Descripteurs : caoutchouc, analyse chimique, dissolution, extrait acide.

Prix basé sur 2 pages
