
**Caoutchouc et latex — Dosage du
cuivre — Méthode photométrique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber and latex — Determination of copper content — Photometric
method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 8053:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ca6a3e6-cf56-4ee6-9201-82732a58d93b/iso-8053-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ca6a3e6-cf56-4ee6-9201-82732a58d93b/iso-8053-1995>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8053 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8053:1986), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

On sait que le cuivre, sous certaines formes, catalyse la dégradation par oxydation du caoutchouc naturel, bien que le mécanisme selon lequel cette dégradation se produit ne soit pas entièrement connu. Il est également admis que d'autres formes de cuivre puissent être présentes dans le caoutchouc et même en quantités assez importantes, sans qu'il y ait dégradation, mais dans ces cas-là, il existe toujours la possibilité que, sous l'influence de certains produits chimiques et en particulier des acides non saturés, le cuivre ait une action catalytique d'oxydation plus efficace.

Il serait évidemment préférable de pouvoir faire la distinction dans l'analyse entre les formes catalytiquement actives et celles qui sont inactives, mais il n'a pas été proposé de méthode pour ce faire, qui soit acceptée d'une manière générale. Il n'y a donc pas d'autres solutions que de déterminer la quantité totale de cuivre contenue dans le caoutchouc.

La méthode prescrite dans la présente Norme internationale est applicable à tous les caoutchoucs couramment utilisés, y compris ceux contenant du chlore.

[ISO 8053:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/8053:1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/6101-3:1988> Une autre méthode pour le dosage du cuivre dans le caoutchouc et le latex est prescrite dans ISO 6101-3:1988, *Caoutchouc — Dosage du métal par spectrométrie d'absorption atomique — Partie 3: Dosage du cuivre.*

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8053:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ca6a3e6-cf56-4ee6-9201-82732a58d93b/iso-8053-1995>

Caoutchouc et latex — Dosage du cuivre — Méthode photométrique

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode photométrique pour la détermination de faibles quantités de cuivre dans le caoutchouc naturel, les latex et les caoutchoucs en mélange, aussi bien naturels que synthétiques.

Cette méthode est applicable aux caoutchoucs contenant du silicium à la condition que le traitement à l'acide fluorhydrique soit intégré dans le mode opératoire.

La méthode est sensible jusqu'à 1 mg de cuivre par kilogramme.

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 123:1985, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage.*

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

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

ISO 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

3 Principe

Une prise d'essai est soumise à une incinération ou une digestion dans un mélange d'acides sulfurique et nitrique concentrés; les quantités de calcium en excès (s'il y en a) sont éliminées, et toute quantité de fer présente est combinée avec du citrate d'ammonium. Après alcalinisation, la solution aqueuse est agitée avec une solution de diéthylthiocarbamate de zinc dans le trichloro-1,1,1 éthane, de manière à obtenir et extraire le complexe jaune de cuivre. Le mesurage spectrophotométrique de cette solution et la comparaison du résultat avec ceux des solutions d'étalonnage, permettent de déterminer le cuivre quantitativement.

4 Réactifs et matériaux

ATTENTION — Toutes les précautions prévues dans les cas d'analyses de traces de métaux doivent être observées. Toutes les précautions reconnues en matière d'hygiène et de sécurité doivent être observées lorsqu'on effectue cette détermination.

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 Sulfate de sodium, anhydre.

4.2 Acide sulfurique, concentré, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

4.3 Acide nitrique, concentré, $\rho = 1,42 \text{ g/cm}^3$.

4.4 Mélange acide chlorhydrique/acide nitrique, préparé de la façon suivante:

Mélanger

- 2 volumes d'acide chlorhydrique, $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$
- 1 volume d'acide nitrique, $\rho = 1,42 \text{ g/cm}^3$
- 3 volumes d'eau

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

4.6 Ammoniaque, solution, $\rho = 0,890 \text{ g/cm}^3$.

4.7 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/dm}^3$.

4.8 Acide fluorhydrique, $\rho = 1,13 \text{ g/cm}^3$.

4.9 Acide citrique, solution.

Dissoudre 50 g d'acide citrique dans 100 cm^3 d'eau.

4.10 Réactif au diéthylthiocarbamate de zinc.

Dissoudre 1 g de diéthylthiocarbamate de zinc dans $1\,000 \text{ cm}^3$ de trichloro-1,1,1 éthane. Au cas où l'on ne dispose pas de diéthylthiocarbamate de zinc, le réactif peut être préparé de la façon suivante: Dissoudre 1 g de diéthylthiocarbamate de sodium dans de l'eau et ajouter 2 g de sulfate de zinc heptahydraté. Extraire le diéthylthiocarbamate de zinc obtenu en agitant avec 100 cm^3 de trichloro-1,1,1 éthane dans une ampoule à décanter. Laisser la couche de trichloro-1,1,1 éthane se séparer et diluer à $1\,000 \text{ cm}^3$ avec du trichloro-1,1,1 éthane.

Ce réactif restera stable durant au moins 6 mois s'il est conservé dans une bouteille en verre inactinique.

4.11 Cuivre, solution étalon contenant 0,01 g de Cu par décimètre cube.

Peser 0,393 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans un petit bécher et dissoudre dans de l'eau. Ajouter 3 cm^3 d'acide sulfurique concentré (4.2), transvaser la solution dans une fiole jaugée de $1\,000 \text{ cm}^3$ (5.6), et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau pour avoir la solution mère. Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 cm^3 de cette solution mère dans une fiole jaugée de 100 cm^3 (5.6) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

1 cm^3 de cette solution contient 0,01 mg de Cu.

À préparer chaque fois que l'on en a besoin à partir de la solution mère.

4.12 Oxyde de magnésium.

4.13 Papier de tournesol.

4.14 Papier filtre (papier durci résistant aux acides).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Photomètre ou spectromètre, susceptible de mesurer l'absorbance à environ 435 nm, avec des cuves appariées, habituellement de 10 mm d'épaisseur.

5.2 Ballon de Kjeldahl, de 100 cm^3 de capacité, en silice ou en verre borosilicaté.

5.3 Creusets ou capsules en porcelaine, silice ou platine, de 50 cm^3 de capacité pour les échantillons de faibles dimensions, et de plus grande capacité pour les échantillons plus importants.

Le matériel de laboratoire en porcelaine ou en silice, en particulier s'il est rayé, doit être enduit à l'intérieur à l'aide de 0,1 g d'oxyde de magnésium (4.12), réparti sur le fond et en partie sur les parois. Cela réduit la possibilité d'absorber le cuivre sur les parois rayées et les charges (s'il y en a), le cuivre étant de préférence absorbé, dans ce cas, par l'oxyde de magnésium. Il n'est pas nécessaire de traiter le matériel de laboratoire en platine à l'oxyde de magnésium.

5.4 Pipette, de 25 cm^3 , conforme aux prescriptions de l'ISO 648.

5.5 Balance, précise à 0,1 mg.

5.6 Fioles jaugées, de 100 cm³ et 1 000 cm³, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042.

5.7 Plaque chauffante électrique, ou brûleur à gaz et bain de sable.

5.8 Tige de platine, servant d'agitateur.

6 Échantillonnage

6.1 Pour le caoutchouc naturel, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 1795.

6.2 Pour le latex, procéder à l'échantillonnage conformément à l'une des méthodes prescrites dans l'ISO 123.

6.3 Pour les mélanges de caoutchouc, procéder à l'échantillonnage de manière à obtenir un échantillon aussi représentatif du mélange que possible.

7 Mode opératoire

Les dosages doivent être effectués en double.

7.1 La préparation des échantillons compacts peut être réalisée par broyage (voir 7.1.1) et/ou par comminution (voir 7.1.2).

7.1.1 Broyer l'échantillon pour essai en le faisant passer six fois à froid entre les rouleaux d'un broyeur de laboratoire dont l'écartement a été réglé à 0,5 mm, en enroulant le caoutchouc en forme de cylindre après chaque passe et en présentant l'extrémité du cylindre aux rouleaux pour la prochaine passe.

7.1.2 Couper l'échantillon pour essai en petits morceaux dont la masse individuelle ne dépasse pas 0,1 g.

7.1.3 Peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 2 g à 10 g, choisie à partir de l'échantillon prélevé conformément à 6.1, 6.2 ou 6.3, et dans le cas d'échantillons compacts, préparé comme prescrit en 7.1.

L'importance de la prise d'essai dépend de la qualité de cuivre présente. Il faut la choisir de manière que l'indication d'absorbance obtenue soit située entre 0,3 et 0,8 unité d'absorbance, ou qu'elle soit, pour les très faibles quantités de cuivre, égale à au moins 10 fois l'indication d'absorbance donnée par un blanc. L'importance appropriée de la prise d'essai dépendra beaucoup de l'expérience acquise.

7.2 La dissolution de la prise d'essai en vue du dosage du cuivre peut se faire par incinération (7.2.1) ou par digestion acide (7.2.2). Si le caoutchouc contient du chlore, il faut utiliser la méthode par digestion acide (7.2.2).

7.2.1 Incinérer la prise d'essai conformément aux méthodes A ou B prescrites dans l'ISO 247:1990. Après incinération, humidifier le contenu du creuset à l'aide de 0,5 cm³ à 1 cm³ d'eau, ajouter ensuite 10 cm³ du mélange acide (4.4), recouvrir avec un verre de montre et chauffer à environ 100 °C durant 30 min à 60 min. Si les cendres sont complètement dissoutes, transvaser quantitativement la solution dans une petite fiole conique et procéder conformément à 7.3.

Si les cendres ne sont pas complètement dissoutes, ou bien si l'on sait que l'on est en présence de silicates, procéder de la façon suivante.

Recommencer l'incinération conformément aux méthodes A ou B prescrites dans l'ISO 247, en utilisant une nouvelle prise d'essai et un nouveau creuset en platine. Après incinération, ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (4.2) et chauffer jusqu'à production de fumées. Refroidir et ajouter encore 3 gouttes d'acide sulfurique et 5 cm³ d'acide fluorhydrique (4.8). Chauffer sur la plaque chauffante électrique ou sur le bain de sable (5.7) et évaporer jusqu'à siccité en remuant avec la tige de platine (5.8). Répéter ces opérations deux fois ou bien jusqu'à élimination des silicates, laquelle est signalée par la disparition des fumées blanches de tétrafluorure de silicium.

Refroidir, humidifier le contenu du creuset à l'aide de 0,5 cm³ à 1 cm³ d'eau, ajouter 10 cm³ du mélange acide (voir 4.4), recouvrir avec un verre de montre et chauffer à environ 100 °C durant 30 min à 60 min. Transvaser quantitativement la solution dans une petite fiole conique et procéder conformément à 7.3.

7.2.2 Digérer la prise d'essai à l'aide de 4 cm³ d'acide sulfurique (4.2) et 3 cm³ d'acide nitrique (4.3), dans le ballon de Kjeldahl (5.2). Chauffer le ballon pour amorcer la réaction.

NOTE 1 Les quantités de réactifs indiquées en 7.2.2 sont prévues pour une prise d'essai de 2 g. Si l'on utilise une prise d'essai plus importante, il faudra des quantités proportionnellement plus importantes d'acide.

7.2.2.1 Si la réaction devient trop forte, refroidir le ballon dans un bécher d'eau froide. Dès que la réaction initiale s'est calmée, chauffer doucement le mélange jusqu'à ce que la réaction violente cesse, et ensuite plus fort jusqu'à ce que le mélange noircisse. Ajouter de l'acide nitrique par portions de 1 cm³, en

chauffant après chaque ajout jusqu'à ce que le produit noircisse. Poursuivre ce traitement jusqu'à ce que la solution devienne incolore ou jaune pâle et ne noircisse plus lorsqu'on continue à chauffer. Si la digestion est prolongée, il peut être nécessaire d'ajouter environ 1 cm^3 d'acide sulfurique pour éviter que le contenu du ballon ne se solidifie. Pour faire disparaître les dernières traces de matières organiques, refroidir le mélange et ajouter $0,5 \text{ cm}^3$ de peroxyde d'hydrogène (4.5) et 2 gouttes d'acide nitrique. Chauffer ensuite la solution jusqu'à production de fumées, en renouvelant les ajouts et le chauffage jusqu'à ce qu'il n'y ait plus affaiblissement de la couleur de la solution. Refroidir la solution, diluer à l'aide de 10 cm^3 d'eau et évaporer jusqu'à production de fumées. Enfin refroidir la solution et ajouter 5 cm^3 d'eau.

7.2.2.2 Si la solution d'essai à ce stade ne contient pas de matières insolubles, transférer le produit de la digestion par l'acide dans une fiole conique et rincer le ballon de Kjeldahl à l'aide de trois portions de 5 cm^3 d'eau, lesquelles sont ajoutées aussi au contenu de la fiole conique. Si toutefois la solution d'essai contient des matières insolubles, filtrer le liquide surnageant sur un petit papier filtre (4.14) dans une fiole conique, en retenant la plus grande partie possible du résidu insoluble dans le ballon de Kjeldahl. Ajouter 5 cm^3 d'acide chlorhydrique (4.7) au contenu du ballon de Kjeldahl, chauffer la solution jusqu'à ce qu'elle commence à bouillir et brasser vigoureusement en faisant tourbillonner de manière à rincer la paroi du ballon. Vider ensuite le contenu du ballon sur le filtre et le recueillir dans la fiole conique. Rincer le ballon de Kjeldahl à l'aide de trois portions de 5 cm^3 d'eau, lesquelles sont ajoutées aussi au contenu de la fiole conique.

7.3 Ajouter 5 cm^3 de la solution d'acide citrique (4.9) au contenu de la fiole conique et si, lorsqu'elle refroidit, la solution demeure limpide, la neutraliser en ajoutant goutte à goutte de la solution d'ammoniaque (4.6), en utilisant un petit morceau de papier de tournesol (4.13) comme indicateur. Si toutefois le sulfate de calcium se sépare à l'état cristallin de la solution lorsqu'elle refroidit, refroidir le ballon et son contenu à environ $10 \text{ }^\circ\text{C}$, filtrer dans une seconde fiole conique et rincer le filtre et le contenu à l'aide de trois portions de 2 cm^3 d'eau refroidie par de la glace avant de neutraliser à l'aide de la solution d'ammoniaque. Refroidir la solution, par exemple en plongeant la fiole dans l'eau courante, transvaser dans une ampoule à décantation, ajouter encore 2 cm^3 de la solution d'ammoniaque et ensuite diluer à 40 cm^3 avec de l'eau. À l'aide de la pipette (5.4), ajouter à la solution 25 cm^3 du réactif au diéthylthiocarbamate de zinc (4.10) et agiter l'ampoule durant 2 min. Immédiatement après décantation, soutirer la couche de trichloro-1,1,1

éthane dans un flacon contenant environ $0,1 \text{ g}$ de sulfate de sodium anhydre (4.1). Si la turbidité persiste après avoir laissé la solution reposer durant environ 30 min, procéder à de nouveaux ajouts de sulfate de sodium anhydre jusqu'à ce que la solution devienne limpide.

7.4 Filtrer la solution de trichloro-1,1,1 éthane sur un tampon de laine de verre ou un petit papier filtre dans la cuve du photomètre ou du spectromètre (5.1), et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde utilisée pour l'établissement de la courbe d'étalonnage (voir article 8), en utilisant du tri-chloro-1,1,1 éthane dans la cuve de référence. Corriger la lecture en soustrayant l'absorbance de la solution à blanc.

7.5 Effectuer un dosage à blanc en utilisant la préparation appropriée et la quantité appropriée de réactifs, mais en omettant la prise d'essai. Le blanc ne doit pas être supérieur à 2 mg Cu/kg .

8 Établissement de la courbe d'étalonnage

8.1 Préparer une série de solutions d'étalonnage contenant chacune 5 cm^3 d'acide sulfurique (4.2) dilué avec 10 cm^3 d'eau.

À ces solutions, ajouter des portions de la solution étalon de cuivre (4.11) de 0 cm^3 à 10 cm^3 , et de 5 cm^3 de la solution d'acide citrique (4.9). Ajouter goutte à goutte de la solution d'ammoniaque (4.6) à ce que les solutions aient une réaction alcaline au papier de tournesol (4.13). Refroidir les solutions, les transvaser individuellement dans une ampoule à décantation et ajouter encore à chaque solution 2 cm^3 de la solution d'ammoniaque. À l'aide de la pipette (5.4), ajouter à chaque solution 25 cm^3 du réactif au diéthylthiocarbamate de zinc (4.10) et agiter durant 2 min. Immédiatement après décantation, soutirer la couche de trichloro-1,1,1 éthane dans un flacon contenant environ $0,1 \text{ mg}$ de sulfate de sodium anhydre (4.1) et que l'on bouche. Si la turbidité persiste après avoir laissé la solution reposer durant environ 30 min, procéder à de nouveaux ajouts de sulfate de sodium anhydre.

Si l'on a utilisé l'oxyde de magnésium pour incinérer la prise d'essai (voir 5.3), on doit avoir la même quantité dans chaque solution d'étalonnage.

8.2 Filtrer chaque solution de trichloro-1,1,1 éthane sur un tampon de laine de verre ou un petit papier filtre (4.14) dans la cuve du photomètre ou du spectromètre (5.1) et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde d'absorption maximale (environ 435 nm), en

utilisant du trichloro-1,1,1 éthane dans la cuve de référence. Corriger les lectures en soustrayant l'absorbance de la solution à laquelle on n'a pas ajouté de cuivre.

8.3 Tracer la courbe des données ainsi obtenues pour chaque solution par rapport à la concentration appropriée de cuivre, obtenant ainsi la courbe d'étalonnage, laquelle doit être vérifiée périodiquement suivant les conditions locales et le type d'instrument utilisé.

9 Expression de résultats

9.1 À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la concentration de cuivre correspondant à la lecture corrigée et, à partir de là, calculer la teneur en cuivre de la prise d'essai.

9.2 Exprimer les résultats en milligrammes de cuivre par kilogramme.

9.3 Prendre comme résultat la moyenne des deux dosages.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) méthode d'incinération utilisée;
- d) si l'on a procédé à un traitement à l'acide fluorhydrique;
- e) résultats et mode d'expression utilisé;
- f) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- g) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- h) date de l'essai.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8053:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ca6a3e6-cf56-4ee6-9201-82732a58d93b/iso-8053-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ca6a3e6-cf56-4ee6-9201-82732a58d93b/iso-8053-1995>