

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1655

CAOUTCHOUC BRUT ET LATEX DE CAOUTCHOUC

DOSAGE DU MANGANÈSE

1ère ÉDITION

Mai 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1655:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71803966-0922-4d62-a62d-dd0deec728f1/iso-r-1655-1971>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1655, *Caoutchouc brut et latex de caoutchouc – Dosage du manganèse*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 45, *Caoutchouc*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (BSI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1655, qui fut soumis, en décembre 1968, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	R.A.U.
Allemagne	Grèce	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Iran	Tchécoslovaquie
Brésil	Israël	Thaïlande
Canada	Italie	Turquie
Ceylan	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pays-Bas	U.S.A.
Corée, Rép. Dém. de	Pérou	
Espagne	Pologne	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1655:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71803966-0922-4d62-a62d-dd0deec728f1/iso-r-1655-1971>

CAOUTCHOUC BRUT ET LATEX DE CAOUTCHOUC

DOSAGE DU MANGANÈSE

INTRODUCTION

Sous certaines formes, le manganèse peut catalyser la dégradation oxydante du caoutchouc naturel bien que le mécanisme selon lequel se produit cette dégradation ne soit pas pleinement connu. En outre, il est reconnu que d'autres formes de manganèse peuvent être présentes sans produire de dégradation; mais aucune méthode satisfaisante n'a pu être mise au point pour distinguer les formes actives et inactives. Il n'y a donc pas d'autre possibilité que de déterminer la quantité totale de manganèse dans le caoutchouc.

On connaît mal l'influence du manganèse sur l'oxydation catalytique des élastomères de synthèse bien qu'il soit généralement reconnu que ses effets sont moins sévères que sur le caoutchouc naturel. Sans doute, pour cette raison, la détermination du manganèse dans les caoutchoucs synthétiques est moins fréquemment réalisée; néanmoins, la présente Recommandation ISO est applicable à la plupart des élastomères synthétiques généralement utilisés.

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode pour la détermination quantitative de faibles quantités de manganèse dans le caoutchouc brut naturel et dans les élastomères bruts synthétiques qui ne contiennent pas de chlore et dans les latex correspondants non chargés.

Pour les caoutchoucs chargés, utiliser la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 1397, *Détermination du manganèse dans les mélanges à base d'élastomère*.

2. PRINCIPE

Calcination de 10 grammes de latex séché ou de caoutchouc brut dans un creuset en silice et traitement des cendres par de l'acide sulfurique et du bisulfate de potassium en vue de la mise du manganèse sous une forme soluble. Après dissolution des cendres dans l'acide sulfurique dilué, mise de tout le fer présent à l'état de complexe par de l'acide orthophosphorique et oxydation du manganèse en permanganate par ébullition en présence de périodate de potassium. Mesurage photométrique de l'absorption de la solution, cette absorption étant proportionnelle à la concentration du manganèse.

3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Ils doivent être destinés à détecter les traces de métal. On doit utiliser de l'eau distillée toutes les fois que l'emploi de l'eau est mentionné.

3.1 *Bisulfate de potassium.*

3.2 *Periodate de potassium.*

3.3 *Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$.*

3.4 *Acide orthophosphorique, 85 à 90 % de H_3PO_4 .*

3.5 *Acide sulfurique dilué.*

Mélanger un volume d'acide sulfurique (3.3) à 19 volumes d'eau.

3.6 *Permanganate de potassium, solution 0,001 N environ.*

3.7 *Eau stabilisée.*

Dissoudre dans 1 litre d'eau environ 0,1 g de permanganate de potassium avec quelques gouttes d'acide sulfurique.

Distiller l'eau dans un pulvérisateur, en écartant les 50 premiers et les 50 derniers millilitres de distillat. Recueillir et conserver le reste du distillat dans un flacon en verre à bouchon rodé.

3.8 *Solution de manganèse étalon. L'une des deux solutions suivantes peut être utilisée, au choix :*

a) Préparer une solution environ 0,1 N de permanganate de potassium. La concentration exacte de cette solution est déterminée par titration avec de l'oxalate de sodium. De cette solution, prélever à l'aide d'une pipette une portion calculée de manière à contenir exactement 0,720 g de KMnO_4 , la verser dans un petit bécher et l'aciduler avec 2 ml d'acide sulfurique. Ajouter de l'eau saturée d'anhydride sulfureux jusqu'à ce que la solution soit décolorée. Faire bouillir la solution pendant 15 minutes, la refroidir, la transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer en complétant jusqu'au trait de jauge avec de l'eau stabilisée. Prélever, à la pipette, 20 ml de cette solution, les verser dans une seconde fiole jaugée de 500 ml et diluer ensuite jusqu'au trait de jauge avec de l'eau stabilisée. Cette solution diluée contient l'équivalent de 0,02 mg de manganèse par millilitre et doit être fraîchement préparée à partir de la solution en réserve.

b) Peser 0,770 g de sulfate de manganèse ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans un petit bécher et dissoudre dans de l'eau contenant 2 ml d'acide sulfurique. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer en complétant jusqu'au trait de jauge. Cette solution doit être stable pendant au moins un mois. Prélever, à la pipette, 20 ml de cette solution de réserve et les verser dans une seconde fiole jaugée de 500 ml et diluer en complétant avec de l'eau jusqu'au trait de jauge. La solution diluée contient l'équivalent de 0,02 mg de manganèse par millilitre et doit être fraîchement préparée à partir de la solution en réserve.

4. APPAREILLAGE

4.1 *Electrophotomètre, absorptiomètre ou spectrophotomètre permettant de mesurer une densité optique à approximativement 525 nm.*

4.2 *Creusets en silice, de capacité nominale 80 ml.*

4.3 *Four à moufle permettant de maintenir une température de $550 \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$.*

5. PRÉPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

Pour le dosage du manganèse dans le caoutchouc, prélever une prise d'essai de 10 g, au moins, de telle manière qu'elle soit représentative de l'échantillon entier.

Le morceau ou les morceaux constituant la prise d'essai doivent ensuite être traités comme indiqué dans la Recommandation ISO/R 1796, *Caoutchouc brut - Préparation des échantillons**.

Pour le dosage du manganèse dans le latex, prélever une portion de latex soigneusement mélangée et homogénéisée, contenant environ 5 g de solides totaux et la sécher à poids constant comme indiqué dans la Recommandation ISO/R 124, *Détermination des matières solides totales dans le latex***.

A tous les moments de la préparation de l'échantillon, il convient d'éviter une contamination du caoutchouc.

6. ÉTABLISSEMENT DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

NOTE. -- Il convient d'observer toutes précautions requises pour l'analyse de traces de métal.

Préparer une série de solutions titrées contenant chacune 20 ml d'acide sulfurique dilué (3.5), 3 ml d'acide ortho-phosphorique (3.4) et du bisulfate de potassium (3.1) en quantité égale à celle utilisée lors de la calcination de la prise d'essai. Ajouter à ces solutions des petites quantités de 0 à 15 ml de la solution titrée de manganèse suivies chacune de l'addition de 0,3 g de périodate de potassium (3.2). Amener ces solutions à ébullition. Les maintenir à ébullition pendant 10 minutes, puis les conserver à une température égale ou supérieure à 90° pendant 10 minutes encore afin d'assurer le plein développement de la coloration du permanganate. Refroidir chaque solution et la verser dans une fiole jaugée de 50 ml, puis diluer avec de l'eau stabilisée (3.7) jusqu'au trait de repère.

Rincer la cuve de l'électrophotomètre, de l'absorptiomètre ou du spectrophotomètre, d'abord avec une solution environ 0,001 N de permanganate de potassium (3.6), puis avec de l'eau stabilisée (3.7) et finalement avec la solution à essayer. Remplir ensuite la cellule avec la solution titrée et mesurer la densité optique à la longueur d'onde du maximum d'absorption (environ 525 nm). Corriger la lecture en soustrayant la densité optique de la solution ne contenant pas de manganèse. Si la densité optique est mesurée à l'aide d'un faisceau double ou d'un instrument à point nul, la cuve contenant la solution à blanc doit être placée dans le faisceau de référence et la densité optique de chacune des solutions étalons doit être mesurée par rapport à celle ne contenant pas de manganèse. Les lectures ainsi obtenues pour chaque solution doivent être notées en fonction de la concentration correspondante du manganèse pour donner la courbe d'étalonnage qui devra être contrôlée périodiquement selon les conditions d'essai dans le local et le type d'instrument utilisé.

7. MODE OPÉRATOIRE

NOTE. -- On doit observer toutes précautions et soins qui sont nécessaires à l'analyse des traces de métal.

Peser, à 10 mg près, une prise de 10 g de caoutchouc brut ou environ 5 g de latex séché, couper en petits morceaux que l'on met dans un creuset (4.2) placé dans le trou d'une plaque en amiante de façon que les deux tiers dépassent de dessous la plaque. Commencer en même temps un dosage à blanc en utilisant un creuset semblable et procéder de façon identique pour l'essai et le dosage à blanc. Chauffer le creuset et son contenu sur une petite flamme de gaz jusqu'à obtention d'un résidu charbonneux sec; placer ensuite le creuset dans un four à moufle (4.3) à une température de 550 ± 25 °C et le chauffer jusqu'à ce que tout le carbone soit oxydé. Sortir le creuset et le laisser refroidir. A l'aide d'une petite pipette, ajouter de l'acide sulfurique (3.3) goutte à goutte sur les parois du creuset en quantité suffisante pour humidifier les cendres; faire évaporer l'excès d'acide en chauffant doucement et placer ensuite dans le four à moufle à une température de 550 ± 25 °C pour éliminer les dernières traces de carbone.

Après refroidissement, soumettre les cendres à un traitement ultérieur par l'acide sulfurique en ajoutant l'acide, comme précédemment, avec la petite pipette, mais en chauffant seulement jusqu'à cessation des fumées afin de retenir, dans toute la mesure du possible, les cendres sous la forme de sulfate. Refroidir ensuite le creuset, ajouter 2 à 3 g de bisulfate de potassium (3.1) et placer le creuset sur la plaque d'amiante. Appliquer un fort chauffage à l'aide du brûleur jusqu'à ce qu'un mélange clair soit obtenu. Refroidir ensuite le creuset et son contenu.

* Actuellement Projet de Recommandation ISO.

** 2^{ème} édition, 1966.