

---

---

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

Partie 1:

**Détermination de la teneur en glycérides  
d'huile de ricin par chromatographie en  
couche mince**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itih.ai)

*Rubber, raw, natural — Determination of castor oil content —*

*Part 1: Determination of castor oil glyceride content by thin-layer  
chromatography*

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6225-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006>

© ISO 2006

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 6225-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6225-1:1984), qui a fait l'objet d'une mise à jour des références normatives.

L'ISO 6225 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en huile de ricin*:

- *Partie 1: Détermination de la teneur en glycérides d'huile de ricin par chromatographie en couche mince*
- *Partie 2: Détermination de la teneur en acide ricinoléique total par chromatographie en phase gazeuse*

## Introduction

Certaines catégories de caoutchouc naturel subissent un traitement à l'huile de ricin pour faciliter le déchiquetage du caoutchouc au cours de la production. La présente partie de l'ISO 6225 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 % (par masse), est le triglycéride d'acide ricinoléique. Ce triglycéride peut s'hydrolyser partiellement en acide ricinoléique et en glycérol.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6225-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006>

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

## Partie 1:

## Détermination de la teneur en glycérides d'huile de ricin par chromatographie en couche mince

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 6225 soient familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente partie de l'ISO 6225 n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de la conformité avec toutes conditions réglementaires nationales.

### 1 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 %.

### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1407:1992, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

### 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 tâches des glycérides d'huile de ricin à l'acide molybdophosphorique ou à l'anisaldéhyde, et évaluation visuelle ou spectrométrique.

### 4 Réactifs

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

#### 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 °C à 60 °C), d'éther diéthylique et d'acide acétique cristallisable, dans les proportions respectives, par 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 cm<sup>3</sup> d'éthanol à 95 % (par volume).

### 4.3.2 Anisaldéhyde, solution.

Mélanger 10 cm<sup>3</sup> d'éthanol, 0,5 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique ( $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ ) et 0,5 cm<sup>3</sup> 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 g  $\pm$  0,01 g d'huile de ricin (les qualités pharmaceutiques donnent satisfaction) et préparer une solution mère en diluant à 100 cm<sup>3</sup> avec du dichlorométhane (4.4.2) dans une fiole jaugée à un trait (5.8).

4.5.2 Diluer des parties aliquotes de 2 cm<sup>3</sup>, 4 cm<sup>3</sup>, 6 cm<sup>3</sup>, 8 cm<sup>3</sup> et 10 cm<sup>3</sup> de la solution mère (4.5.1) à 10 cm<sup>3</sup> avec du dichlorométhane (4.4.2) dans des fioles jaugées à un trait pour obtenir des solutions correspondant à 0,2 %; 0,4 %; 0,6 %; 0,8 % et 1,0 % (par masse) d'huile de ricin, par rapport au caoutchouc, lorsque 5 g de caoutchouc sont prélevés en vue de l'analyse.

## 5 Appareillage<sup>1)</sup>

Matériel courant de laboratoire, plus:

5.1 **Appareil à extraction**, entièrement en verre (voir Figure 1, 2 ou 3 de l'ISO 1407:1992).

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

5.3 **Plaque pour chromatographie en couche mince (TLC)**, de dimensions 200 mm  $\times$  200 mm, revêtue d'une couche de gel de silice (4.1) d'approximativement 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 °C  $\pm$  5 °C.

---

1) Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour désigner le centimètre cube (cm<sup>3</sup>), conformément à une décision de la douzième 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 la présente partie de l'ISO 6225.

**5.8 Fioles jaugées à un trait**, de capacités 5 cm<sup>3</sup>; 10 cm<sup>3</sup> et 100 cm<sup>3</sup>.

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

Régler le spectromètre selon les instructions du fabricant afin d'obtenir les performances optimales.

## 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  $\times$  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.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Peser avec précision 5 g  $\pm$  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 le collage.

### 7.2 Détermination

**7.2.1** Introduire la cartouche dans le godet à siphon et, en utilisant 100 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup>.

**7.2.3** Transvaser l'extrait dans une fiole jaugée à un trait de 10 cm<sup>3</sup> (5.8), rincer avec du dichlorométhane (4.4.2) et compléter jusqu'au trait repère avec du dichlorométhane.

**7.2.4** Répartir en gouttes 5  $\mu$ l de la solution d'essai préparée en 7.2.3 et 5  $\mu$ l de chacune des solutions étalons d'huile de ricin préparées en 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'au développement de la couleur des tâches 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 tâche 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 tâches initialement mauves, virant rapidement au vert.

**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 tâches bleues, qui correspond au glycéride d'acide ricinoléique (valeur  $R_f$  d'environ 0,2) avec celles des tâches dues aux solutions étalons, et en déduire visuellement la teneur en huile de ricin, exprimée en pourcentage par masse, de la prise d'essai.

**8.2** En variante, si une plus grande précision est désirée, enlever les tâches 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 tâches bleues (voir 8.1) due à la solution d'essai et chacune de celles dues aux solutions étalons et faire macérer avec 1 cm<sup>3</sup> d'eau. Centrifuger pour obtenir des solutions limpides. Transférer le liquide surnageant dans une fiole jaugée à un trait de 5 cm<sup>3</sup> (ou une fiole plus grande si la solution résultante est trop concentrée) et compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau. Veiller à ne pas transférer de gel de silice 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 par masse, en utilisant les valeurs obtenues pour les tâches dues aux solutions étalons.

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

**8.3** Noter le résultat à 0,05 % (par masse) près. [ISO 6225-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006>

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

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



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6225-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a6544492-8ba1-434e-8ab3-baaa092de627/iso-6225-1-2006>