

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1654

CAOUTCHOUC BRUT ET LATEX DE CAOUTCHOUC

DOSAGE DU CUIVRE

1^{ère} ÉDITION

Août 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.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1654, *Caoutchouc brut et latex de caoutchouc — Dosage du cuivre*, 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° 1654, qui fut soumis, en juillet 1968, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il a été approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Allemagne	Grèce	R.A.U.
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suède
Brésil	Iran	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Ceylan	Italie	Thaïlande
Colombie	Japon	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
France	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 1654:1971

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/502a358d-e9da-43c4-bae2-abac205aaa62/iso-r-1654-1971>

CAOUTCHOUC BRUT ET LATEX DE CAOUTCHOUC

DOSAGE DU CUIVRE

INTRODUCTION

Sous certaines formes, le cuivre peut catalyser la dégradation oxydante du caoutchouc naturel; le mécanisme selon lequel se produit cette dégradation n'est, toutefois, pas entièrement connu. D'autre part, il est reconnu que d'autres formes de cuivre peuvent être présentes sans produire de dégradation mais aucune méthode générale ne convient pour distinguer les formes actives ou inactives. Actuellement, il n'y a donc pas d'autre possibilité que de déterminer la quantité totale du cuivre dans le caoutchouc.

On connaît mal l'influence du cuivre sur l'oxydation catalytique des élastomères de synthèse, mais il est généralement reconnu que ses effets sont moins sévères que sur le caoutchouc naturel. C'est sans doute pour cette raison que le dosage du cuivre dans les caoutchoucs synthétiques est moins fréquemment utilisé; la présente Recommandation ISO est néanmoins applicable à la plupart des élastomères synthétiques généralement utilisés.

1. DOMAINE D'APPLICATION

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de dosage du cuivre en petites quantités dans le caoutchouc naturel brut et dans les élastomères synthétiques bruts qui ne contiennent pas de chlore ainsi que dans les latex correspondants non chargés.

Pour les caoutchoucs chargés et pour les caoutchoucs et les latex qui contiennent du chlore, utiliser la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R 1396, *Dosage du cuivre dans les mélanges à base d'élastomères (vulcanisés et non vulcanisés)*.

2. PRINCIPE

Calciner, dans un creuset, 5 g de latex séché ou de caoutchouc brut. Attaquer les cendres avec un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique et rendre la solution alcaline avec de l'hydroxyde d'ammonium. Tout le fer présent est mis à l'état de complexe avec le citrate d'ammonium. Mélanger en agitant la solution aqueuse avec une solution chloroformique de diéthylthiocarbamate de zinc pour former et extraire le complexe jaune du cuivre. La densité optique de cette solution est mesurée photométriquement et est proportionnelle à la concentration du cuivre.

3. RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et convenir aux analyses visant à détecter des traces de métal.

De l'eau distillée doit être utilisée toutes les fois que l'emploi de l'eau est mentionné.

3.1 *Oxyde de magnésium.*

3.2 *Sulfate de sodium, anhydre.*

3.3 *Mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique, préparé comme suit.*

Mélanger :

2 volumes d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml;

1 volume d'acide nitrique, ρ 1,42 g/ml;

3 volumes d'eau.

3.4 *Solution d'acide citrique*

Dissoudre 50 g d'acide citrique solide dans 100 ml d'eau.

3.5 *Solution d'ammoniaque, ρ 0,890 g/ml.*

3.6 *Papier tournesol.*

3.7 *Diéthylthiocarbamate de zinc.*

Dissoudre 1 g de diéthylthiocarbamate de zinc solide dans 1 litre de chloroforme.

Si l'on ne dispose pas de diéthylthiocarbamate de zinc, le réactif peut être préparé de la manière suivante :

Dissoudre, dans de l'eau, 1 g de diéthylthiocarbamate de sodium et ajouter 2 g de sulfate de zinc. Extraire le diéthylthiocarbamate de zinc résultant en mélangeant, par agitation, 100 ml de chloroforme, puis séparer la solution de chloroforme. Diluer à 1 litre. Ce réactif, conservé dans une bouteille ambrée, est stable pendant au moins 6 mois.

3.8 *Solution titrée de cuivre.*

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 l'eau. Ajouter 3 ml d'acide sulfurique concentré. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml et diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait de jauge pour obtenir la solution de réserve. Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 ml de cette solution de réserve et les placer dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer par de l'eau jusqu'au trait de jauge. Cette solution contient l'équivalent de 0,01 mg de cuivre par millilitre et doit être fraîchement préparée à partir de la solution de réserve en cas de besoin.

4. APPAREILLAGE

4.1 *Electrophotomètre, absorptiomètre ou spectrophotomètre, pouvant mesurer la densité optique à environ 435 nm.*

4.2 *Cuves d'absorption de 10 à 50 mm de trajet optique.*

4.3 *Creusets en silice, de capacité nominale 50 ou 80 ml.*

4.4 *Four à moufle, capable de maintenir une température de 550 ± 25 °C.*

5. PRÉPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

Pour le dosage du cuivre dans le caoutchouc, prélever 5 g au moins de l'échantillon de telle façon que la prise d'essai soit représentative de tout l'échantillon. Homogénéiser le morceau ou les morceaux constituant la prise d'essai par quelques passages entre les rouleaux froids d'un malaxeur de laboratoire de façon à produire une feuille mince. En variante, la prise d'essai peut aussi être préparée en découpant l'échantillon en petits morceaux pesant chacun approximativement 0,1 g.

Pour le dosage du cuivre dans le latex, prélever une portion de latex soigneusement mélangée et homogénéisée contenant environ 5 g des solides totaux et la sécher jusqu'à masse constante en suivant le mode opératoire décrit dans la Recommandation ISO/R 124, *Détermination des matières solides totales dans le latex*.

A tous les stades de préparation de l'échantillon on doit éviter une contamination du caoutchouc.

6. COURBE D'ÉTALONNAGE

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

Si l'on utilise l'oxyde de magnésium pour la calcination, préparer une série de solutions titrées comprenant chacune 0,1 g d'oxyde de magnésium dissous dans 10 ml de mélange d'acide chlorhydrique dilué et d'acide nitrique (3.3). Ne pas utiliser l'oxyde de magnésium si le caoutchouc est calciné après avoir été enveloppé dans un papier filtre placé directement dans le four à moufle. Ajouter à ces solutions de petites quantités de 0 à 10 ml de solution titrée de cuivre (3.8) suivies, dans chaque cas, d'une addition de 5 ml d'acide citrique (3.4). Ajouter la solution d'ammoniaque (3.5) goutte à goutte jusqu'à ce que les solutions soient juste alcalines au papier tournesol. Refroidir les solutions, les transvaser chacune dans une fiole à décanter et ajouter à chacune 2 ml de solution d'ammoniaque. Prélever, à l'aide d'une pipette, 25 ml de diéthylthiocarbamate de zinc (3.7). Verser, dans chaque solution, à l'aide d'une pipette, 25 ml de diéthylthiocarbamate de zinc, puis agiter pendant 2 minutes. Après séparation, recueillir immédiatement la couche chloroformique dans un flacon bouché contenant environ 0,1 g de sulfate de sodium anhydre. Si un trouble subsiste après repos pendant environ 30 minutes, procéder à de petites additions supplémentaires de sulfate de sodium anhydre jusqu'à ce que la solution devienne claire.

Verser en filtrant chaque solution chloroformique à travers un tampon de laine de verre ou un petit filtre dans la cuve de l'électrophotomètre, de l'absorptiomètre ou du spectrophotomètre et mesurer la densité optique à la longueur d'onde du maximum d'absorption (environ 435 nm). Corriger la lecture en soustrayant la densité optique de la solution ne contenant pas de cuivre. Si la densité optique est mesurée à l'aide d'un faisceau double ou d'un instrument à point nul, placer la cuve contenant la solution pour l'essai à blanc dans le faisceau de référence et mesurer la densité optique de chaque solution étalon par rapport à celle de la solution ne contenant pas de cuivre. Les lectures ainsi obtenues pour chaque solution doivent être notées en fonction de la concentration correspondante du cuivre 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. — Il convient d'observer toutes précautions requises pour l'analyse des traces de métal.

Peser, à 5 mg près, une prise d'essai de 5 g de latex séché ou de caoutchouc brut et les placer dans un creuset en silice (4.3) contenant 0,1 g d'oxyde de magnésium réparti sur le fond et les côtés du creuset. Placer le creuset dans le trou d'une plaque en amiante de façon que ses deux tiers dépassent en dessous de la plaque. Commencer un dosage à blanc en utilisant un creuset semblable et la même quantité d'oxyde de magnésium, 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, puis placer le creuset dans le four à moufle (4.4) à une température de 550 ± 25 °C et la chauffer jusqu'à ce que tout le carbone soit oxydé. Sortir le creuset et le laisser refroidir.

En variante à la méthode de calcination décrite à la page précédente, il est possible de procéder de la façon suivante : peser, à 5 mg près, 5 g de la prise d'essai, les envelopper dans un morceau de papier filtre sans cendre d'environ 150 mm de diamètre et placer le tout dans un creuset en silice transparent à parois lisses. Placer le creuset et son contenu dans un four à 550 ± 25 °C et fermer la porte. La porte du four ne doit pas être ouverte durant la première heure en raison des risques d'allumer des gaz inflammables. Commencer en même temps un dosage à blanc en utilisant un papier filtre et un creuset semblables, et procéder de façon identique pour l'essai et le dosage à blanc. Lorsque tout le carbone est oxydé, retirer le creuset et le laisser refroidir.