

NORME INTERNATIONALE **ISO** 1655



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchoucs bruts et latex de caoutchouc — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate de potassium

Raw rubber and rubber latex — Determination of manganese content — Potassium periodate photometric method

Première édition — 1975-05-15

A annuler
(est devenue ISO 7780:1987)

CDU 678.4/.8 : 543.4 : 546.711

Réf. n° : ISO 1655-1975 (F)

Descripteurs : élastomère, élastomère synthétique, caoutchouc naturel, latex, analyse chimique, dosage, manganèse.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 45 a examiné la Recommandation ISO/R 1655 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1655-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1655 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1655 en Norme Internationale.

Caoutchoucs bruts et latex de caoutchouc — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate de potassium

0 INTRODUCTION

Sous certaines formes, le manganèse peut catalyser la dégradation oxydante des caoutchoucs naturels, bien que le mécanisme selon lequel se produit cette dégradation ne soit pas entièrement 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 catalysantes actives et inactives. Actuellement, 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 caoutchoucs de synthèse, bien qu'il soit généralement reconnu que ses effets sont moins sévères que sur les caoutchoucs naturels. C'est sans doute pour cette raison que le dosage du manganèse dans les caoutchoucs de synthèse est moins fréquemment effectué; néanmoins, la méthode spécifiée dans la présente Norme Internationale est applicable à la plupart des caoutchoucs de synthèse généralement utilisés.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au periodate de sodium pour le dosage du manganèse aux faibles teneurs dans les caoutchoucs bruts, naturels et de synthèse qui ne contiennent pas de chlore, ainsi que dans les latex non chargés correspondants.

Pour les mélanges à base de caoutchoucs, utiliser l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 1397, *Mélanges à base de caoutchoucs — Dosage du manganèse — Méthode photométrique au periodate de sodium*.

2 RÉFÉRENCES

ISO 123, *Latex d'élastomère — Échantillonnage*.

ISO 124, *Latex d'élastomère — Détermination des matières solides totales*.

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage*.

ISO 1796, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons*.

3 PRINCIPE

Calcination, dans un creuset en silice, du latex séché ou du caoutchouc brut. Attaque des cendres par l'acide sulfurique et le bisulfate de potassium en vue de la mise du manganèse

sous une forme soluble. Après dissolution des cendres dans l'acide sulfurique dilué, traitement par l'acide orthophosphorique avec lequel le fer forme un complexe jaune et oxydation du manganèse en permanganate par ébullition en présence de periodate de potassium. Mesurage photométrique de l'absorbance de cette solution, qui est proportionnelle à la teneur en manganèse.

4 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de haute pureté analytique reconnue pour usage dans l'analyse des éléments-trace. Sauf indication contraire, utiliser de l'eau distillée toutes les fois que l'emploi de l'eau est mentionné.

4.1 Hydrogénosulfate de potassium.

4.2 Periodate de potassium.

4.3 Acide sulfurique ρ 1,84 g/cm³.

4.4 Acide sulfurique, dilué.

Mélanger 1 volume d'acide sulfurique concentré (4.3) à 19 volumes d'eau.

4.5 Acide orthophosphorique, 85 à 90 % de H₃PO₄.

4.6 Eau stabilisée

À approximativement 1 dm³ d'eau, ajouter 0,1 g environ de permanganate de potassium avec quelques gouttes d'acide sulfurique. Distiller l'eau dans un pulvérisateur, en écartant les premiers et les derniers 50 cm³ de distillat.

4.7 Permanganate de potassium, solution 0,001 N environ.

4.8 Solution étalon de manganèse.

L'une des deux solutions suivantes peut être utilisée, au choix :

a) Préparer une solution 0,1 N environ de permanganate de potassium. Le titre exact de cette solution est déterminé par titrage avec de l'oxalate de sodium. De cette solution, prélever, à la pipette, une quantité calculée de manière à contenir exactement 0,720 g de KMnO₄, la verser dans un petit bécher et l'aciduler avec 2 cm³ d'acide sulfurique. Ajouter de l'eau saturée d'anhydride sulfureux jusqu'à ce que la solution soit décolorée. Faire bouillir la solution durant 15 min, la

refroidir, la transvaser dans une fiole jaugée de 500 cm³ et diluer en complétant par de l'eau stabilisée jusqu'au trait de jauge. Prélever, à la pipette, 20 cm³ de cette solution mère, les introduire dans une seconde fiole jaugée de 500 cm³ et diluer en complétant par de l'eau stabilisée jusqu'au trait de jauge. Cette solution diluée contient l'équivalent de 0,02 mg de manganèse par centimètre cube et doit être préparée au moment de l'emploi à partir de la solution mère.

b) Peser 0,770 g de sulfate de manganèse monohydraté (MnSO₄.H₂O) dans un petit bécher et dissoudre cette quantité dans de l'eau contenant 2 cm³ d'acide sulfurique. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 cm³ et diluer jusqu'au trait de jauge. Cette solution reste stable durant au moins 1 mois. Prélever, à la pipette, 20 cm³ de cette solution mère, les introduire dans une seconde fiole jaugée de 500 cm³ et diluer jusqu'au trait de jauge. Cette solution diluée contient l'équivalent de 0,02 mg de manganèse par centimètre cube et doit être préparée au moment de l'emploi à partir de la solution mère.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Électrophotomètre ou spectrophotomètre, permettant de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde voisine de 525 nm, et **cellules jaugées**.

5.2 Creusets en silice, de capacité nominale 80 cm³.

5.3 Plaque en amiante, de forme carrée, de côté 100 mm environ et d'épaisseur 6 mm environ, ayant un trou central pour servir de support au creuset, de telle manière que les deux tiers environ de celui-ci dépassent en dessous de la plaque.

5.4 Four à moufle, permettant de maintenir une température de 550 ± 25 °C.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Pour les caoutchoucs bruts, effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 1795. Pour le latex, effectuer l'échantillonnage conformément à l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 123.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de la prise d'essai

Pour le dosage du manganèse dans les caoutchoucs bruts, prélever une prise d'essai de 10 g au moins, de telle manière qu'elle soit représentative de tout l'échantillon. Traiter le morceau ou les morceaux constituant la prise d'essai conformément à l'ISO 1796 de façon à produire une feuille mince.

Pour le dosage du manganèse dans le latex, prélever une portion de latex soigneusement mélangée et homogénéisée, contenant 5 g environ de solides totaux, et la sécher jusqu'à masse constante suivant le mode opératoire spécifié dans l'ISO 124.

À tous les stades de la préparation de l'échantillon, prendre soin d'éviter toute contamination du caoutchouc.

7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Préparer une série de solutions témoins contenant chacune 20 cm³ d'acide sulfurique dilué (4.4), 3 cm³ d'acide orthophosphorique (4.5) et de l'hydrogénosulfate de potassium (4.1) en quantité égale à celle utilisée lors de la calcination de la prise d'essai. A ces solutions, ajouter des volumes de la solution étalon de manganèse (4.8) échelonnés de 0 à 15 cm³, suivis chacun d'une addition de 0,3 g de periodate de potassium (4.2). Porter ces solutions à ébullition. Les maintenir au point d'ébullition durant 10 min, puis les conserver à une température égale ou supérieure à 90 °C durant 10 min encore afin d'assurer le plein développement de la coloration de permanganate. Refroidir ces solutions et verser chacune d'elles dans une fiole jaugée de 50 cm³, puis diluer en complétant par de l'eau stabilisée (4.6) jusqu'au trait de jauge.

Rincer la cellule de l'électrophotomètre ou du spectrophotomètre, d'abord avec de la solution de permanganate de potassium 0,001 N environ (4.7), puis avec de l'eau stabilisée (4.6) et finalement avec de la solution témoin appropriée. Remplir ensuite la cellule avec la solution témoin et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde du maximum d'absorption (525 nm environ). Corriger la lecture en soustrayant l'absorbance de la solution de compensation. Si l'absorbance est mesurée à l'aide d'un instrument à double faisceau ou d'un instrument à point nul, placer la cellule contenant la solution de compensation dans le faisceau de référence et mesurer l'absorbance de chacune des solutions témoins par rapport à celle de la solution de compensation.

Porter sur un graphique les lectures ainsi obtenues pour chaque solution en fonction de la concentration correspondante du manganèse, pour obtenir la courbe d'étalonnage qui devra être contrôlée périodiquement selon les conditions d'essai et le type d'instrument utilisé.

7.3 Dosage¹⁾

Peser, à 10 mg près, une prise d'essai de 10 g de caoutchouc brut ou 5 g environ de latex séché, coupé en petits morceaux que l'on dépose dans un creuset en silice (5.2). Placer le creuset dans le trou ménagé sur la plaque en amiante (5.3). Chauffer doucement le creuset et son contenu sur une petite flamme de gaz jusqu'à l'obtention d'un résidu charbonneux sec. Mettre ensuite le creuset dans le four à moufle (5.4) maintenu à une température de 550 ± 25 °C et le chauffer jusqu'à ce que tout le carbone soit oxydé. Retirer le creuset et le laisser refroidir. À l'aide d'une pipette à petit orifice, ajouter de l'acide sulfurique concentré (4.3) goutte à goutte

1) Observer les précautions et les soins nécessaires à l'analyse des éléments-trace.

sur les parois du creuset en quantité suffisante pour humidifier les cendres. Chauffer ensuite doucement jusqu'à cessation des fumées blanches pour éliminer l'excès d'acide et mettre à nouveau le creuset dans le four à moufle maintenu à 550 ± 25 °C pour éliminer les dernières traces de carbone.

Après refroidissement, soumettre les cendres à une seconde attaque par l'acide sulfurique en ajoutant l'acide, comme précédemment, à l'aide d'une pipette à petit orifice, 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 d'hydrogénosulfate de potassium (4.1) et placer le creuset sur la plaque en amiante. Chauffer fortement à l'aide du brûleur jusqu'à l'obtention d'un mélange transparent. Refroidir ensuite le creuset et son contenu.

En variante, peser, à 10 mg près, une prise d'essai de 10 g, l'envelopper d'un morceau de papier filtre sans cendre de diamètre 150 mm environ et placer le tout dans un creuset (5.2). Déposer 5 g environ d'hydrogénosulfate de potassium sur la partie supérieure de la prise d'essai enveloppée, mettre le creuset dans le four à moufle maintenu à 550 ± 25 °C et fermer la porte du four. Celle-ci ne doit pas être ouverte durant la première heure afin d'éviter la combustion des gaz inflammables. Lorsque tout le carbone a été oxydé, retirer le creuset et le laisser refroidir.

Effectuer, parallèlement au dosage et selon le même mode opératoire, un dosage à blanc en utilisant un creuset et du papier filtre analogues, ainsi que les mêmes quantités de tous les réactifs que celles qui sont utilisées lors du dosage.

Ajouter, aux cendres obtenues selon l'un des modes opératoires décrits ci-dessus, 20 cm³ d'acide sulfurique dilué (4.4) et chauffer le creuset sur un bain de vapeur jusqu'à ce que les matières solides soient dissoutes ou détachées des parois du creuset. Placer le contenu du creuset dans un petit bécher en utilisant une baguette en verre pour détacher les matières solides non dissoutes et faire bouillir la solution doucement jusqu'à ce que l'on n'observe plus aucune dissolution. Verser, en filtrant la solution à travers un filtre en verre fritté, dans une petite fiole conique, et laver le filtre et les matières insolubles avec deux ou trois volumes d'eau. Ajouter 3 cm³ d'acide orthophosphorique (4.5) à la solution, dans la fiole; des additions supplémentaires de 1 cm³ peuvent être nécessaires pour éliminer toute couleur jaune due au fer. Ajouter, à la solution, 0,3 g de periodate de potassium (4.2), porter la solution à ébullition et la maintenir au point d'ébullition

durant 10 min. Maintenir la température au-dessus de 90 °C durant 10 min encore afin d'assurer le plein développement de la coloration du permanganate. Après refroidissement, verser la solution dans une fiole jaugée de 50 cm³ et diluer en complétant par de l'eau stabilisée (4.6) jusqu'au trait de jauge. Après mélange, la coloration reste stable durant plusieurs heures; toute tendance à un affaiblissement de la coloration indique que les matières organiques ou les chlorures ne sont pas complètement éliminé(s).

Rincer ensuite la cellule de l'électrophotomètre ou du spectrophotomètre (5.1), d'abord avec de la solution de permanganate de potassium 0,001 N environ (4.7), puis avec de l'eau stabilisée et finalement avec de la solution à doser. Remplir ensuite la cellule avec la solution à doser et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde utilisée lors de l'établissement de la courbe d'étalonnage. Corriger la lecture en soustrayant l'absorbance de la solution à blanc. Si l'absorbance est mesurée à l'aide d'un instrument à double faisceau ou d'un instrument à point nul, placer la cellule contenant la solution à blanc dans le faisceau de référence et mesurer l'absorbance de la solution à doser par rapport à celle de la solution à blanc.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage, déterminer la concentration du manganèse correspondant à la lecture corrigée et, à partir de celle-ci, calculer la teneur en manganèse de la prise d'essai. Exprimer les résultats en parties par million (ppm) de manganèse (Mn) calculées en masse.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1655:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51e4ac7c-23f4-4084-9077-15354abee9f1/iso-1655-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1655:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51e4ac7c-23f4-4084-9077-15354abee9f1/iso-1655-1975>