
NORME INTERNATIONALE



1657

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

**Élastomères bruts et latex d'élastomère — Dosage du fer —
Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10**

Raw rubber and rubber latex — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline photometric method

Première édition — 1975-01-15

CDU 678.031 : 543.849 : 546.72

Réf. N° : ISO 1657-1975 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc brut, latex, analyse chimique, dosage, fer, impureté, méthode photométrique.

Prix basé sur 2 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.

La Norme Internationale ISO 1657 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et soumise aux Comités Membres en mai 1970.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

| | | |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Hongrie | Royaume-Uni |
| Allemagne | Inde | Suède |
| Autriche | Israël | Suisse |
| Brésil | Italie | Tchécoslovaquie |
| Egypte, Rép. arabe d' | Nouvelle-Zélande | Thaïlande |
| Espagne | Pays-Bas | Turquie |
| France | Pologne | U.S.A. |
| Grèce | Roumanie | |

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Élastomères bruts et latex d'élastomère — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer aux faibles teneurs dans les élastomères bruts, naturels et synthétiques non chargés, qui ne contiennent pas de chlore, ainsi que dans les latex non chargés correspondants.

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, du latex séché ou de l'élastomère brut. Attaque des cendres par l'acide chlorhydrique et dilution de la solution jusqu'à un volume connu. Après ajustement du pH par addition d'une solution tampon, traitement d'une partie aliquote de cette solution par le chlorure d'hydroxylammonium et la phénanthroline-1,10 avec laquelle le fer forme un complexe coloré. Mesurage photométrique de l'absorbance de cette solution, qui est proportionnelle à la teneur en fer.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/cm³*.

4.2 Phénanthroline-1,10, solution.

Dissoudre 0,5 g de phénanthroline-1,10 monohydratée dans de l'eau chaude et diluer la solution à 500 cm³.

4.3 Chlorure d'hydroxylammonium, solution.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium dans 100 cm³ d'eau.

4.4 Solution tampon.

Dissoudre 164 g d'acétate de sodium anhydre dans 250 cm³ d'eau environ et ajouter à cette solution 28,5 cm³ d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/cm³. Diluer ce mélange à 500 cm³ et le filtrer immédiatement avant l'emploi s'il présente un trouble. Si cette solution tampon donne des solutions étalons trop colorées au cours de l'établissement de la courbe d'étalonnage, préparer une autre solution tampon en dissolvant 80 g d'hydroxyde de sodium ou 106 g de carbonate de sodium anhydre dans 200 cm³ d'eau. Ajouter 142,5 cm³ d'acide acétique cristallisable, ρ 1,05 g/cm³, et diluer la solution à 500 cm³.

4.5 Solution étalon de fer (1 cm³ contient 0,1 mg de Fe).

Dissoudre dans l'eau 0,7021 g de sulfate double d'ammonium-fer(II) hexahydraté [(NH₄)₂Fe(SO₄)₂.6H₂O] dans une fiole jaugée de 1 000 cm³. Ajouter 3 cm³ d'acide chlorhydrique concentré, ρ 1,19 g/cm³ et diluer jusqu'au trait de jauge. Cette solution reste stable durant au moins 1 mois.

4.6 Solution étalon de fer de travail (1 cm³ contient 0,01 mg de Fe).

Prélever, à la pipette, 10 cm³ de la solution étalon de fer (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 100 cm³ et diluer jusqu'au trait de jauge. Cette solution doit être préparée au moment de l'emploi à partir de la solution mère (4.5).

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Électrophotomètre ou **spectrophotomètre**, permettant de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde voisine de 510 nm, et **cellules jaugées**.

5.2 Creuset en silice ou **en porcelaine**, d'une capacité nominale de 50 à 80 cm³.

5.3 Four à moufle, permettant de maintenir une température de 525 ± 25 °C.

5.4 Plaque en amiante, de forme carrée, de côté 100 mm environ et d'épaisseur 6 mm environ, ayant un trou central

* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm³), conformément à la décision de la Douzième Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est généralement admis pour désigner les capacités de la verrerie volumétrique et les volumes de liquide dans les Normes Internationales.

pour servir de support au creuset, de telle manière que les deux tiers environ de celui-ci dépassent en dessous de la plaque.

5.5 Fioles jaugées, de capacité 50, 100 et 1 000 cm³.

6 ÉCHANTILLONNAGE

Pour les élastomères 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 fer dans les élastomères bruts, préparer une prise d'essai de 10 g conformément à l'ISO 1796, de façon à produire une feuille mince.

En variante, découper la prise d'essai en petits morceaux pesant chacun 0,1 g environ.

Pour le dosage du fer dans le latex, prélever une portion de latex soigneusement mélangée et homogénéisée, contenant 10 g au moins 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 de l'élastomère par le fer, surtout par l'utilisation de couteaux ou ciseaux rouillés, rouleaux de malaxeur et d'autre équipement.

7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de fioles jaugées de 50 cm³ contenant chacune 1 cm³ d'acide chlorhydrique concentré (4.1), 10 cm³ de la solution tampon (4.4), 1 cm³ de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et 10 cm³ de la solution de phénanthroline-1,10 (4.2), ajouter des volumes de la solution étalon de fer de travail (4.6) échelonnés de 0 à 20 cm³ (par exemple : 0, 0,5, 5,0, 10,0, 15,0, 20,0 cm³) et diluer jusqu'au trait de jauge. Laisser reposer durant 15 min, puis verser chaque solution dans la cellule de l'électrophotomètre ou du spectrophotomètre (5.1) et mesurer l'absorbance à la longueur d'onde du maximum d'absorption (510 nm environ). 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, placer la cellule contenant la solution à blanc dans le faisceau de référence et mesurer l'absorbance de chacune des solutions par rapport à celle de la solution à blanc. Porter sur un graphique les lectures ainsi obtenues pour chaque solution en fonction de la concentration correspondante du fer, 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 0,01 g près, une prise d'essai de 10 g de latex séché ou d'élastomère brut et la couper en petits morceaux que l'on dépose dans le creuset (5.2). Placer le creuset dans le trou ménagé sur la plaque en amiante (5.4). 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 (5.3) maintenu à une température de 525 ± 25 °C.

En variante, envelopper la prise d'essai d'un morceau de papier filtre sans cendre de diamètre 150 mm et placer le tout dans le creuset. Mettre le creuset et son contenu dans le four à moufle maintenu à 525 ± 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 (si la calcination s'effectue selon la seconde méthode), ainsi que les mêmes quantités de tous les réactifs que celles qui sont utilisées lors du dosage.

Ajouter 5 cm³ d'acide chlorhydrique (4.1) et 5 cm³ d'eau au contenu du creuset et porter le mélange sur un bain de vapeur durant 30 à 60 min. Si la solution présente une couleur jaune foncée indiquant la présence d'une grande quantité de fer, ajouter encore 5 cm³ d'acide chlorhydrique et faire chauffer de nouveau durant 30 min. Filtrer la solution à travers un creuset en verre fritté (porosité 2 ou 3), recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 50 cm³ (5.5) et diluer celui-ci jusqu'au trait de jauge.

Prélever une partie aliquote de cette solution ne contenant pas plus de 2 cm³ d'acide chlorhydrique (4.1), la verser dans une fiole jaugée de 50 cm³. Ajouter 10 cm³ de la solution tampon (4.4), puis 1 cm³ de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et finalement 10 cm³ de la solution de phénanthroline-1,10 (4.2). Diluer le mélange jusqu'au trait de jauge et laisser reposer à la température ambiante durant 15 min.

Mesurer l'absorbance de la solution 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, 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 fer correspondant à la lecture corrigée et, à partir de celle-ci, calculer la teneur en fer de la prise d'essai.

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

Exprimer les résultats en parties par million (ppm) de fer (Fe) 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.
