

---

Norme internationale



1657

---

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

---

## Caoutchouc brut et latex de caoutchouc — Dosage du fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10

*Rubber, raw and rubber latex — Determination of iron content — 1,10 Phenanthroline photometric method*

Deuxième édition — 1986-10-15

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

[ISO 1657:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e2630c4-5c2d-42a9-84e3-d1ca7687f8a2/iso-1657-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e2630c4-5c2d-42a9-84e3-d1ca7687f8a2/iso-1657-1986>

---

CDU 678.031/.032 : 543.42/.43 : 546.72

Réf. n° : ISO 1657-1986 (F)

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

## 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 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1657 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

[ISO 1657:1986](#)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1657-1975), dont le chapitre 5 et le paragraphe 7.3 ont fait l'objet d'une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Caoutchouc brut et latex de caoutchouc — 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 teneurs comprises entre 5 et 1 000 mg/kg dans les caoutchoucs 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 247, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

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

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

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

## 3 Principe

Calcination, dans un creuset, du latex séché ou du caoutchouc 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 pour réduire tout le fer(III) et par la phénanthroline 1,10 avec laquelle le fer(II) forme un complexe rouge orangé.

NOTE — La méthode utilisée est pratiquement semblable à celle décrite dans l'ISO 6685, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10.*

## 4 Réactifs

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

**4.1 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/cm<sup>3</sup>\*

**4.2 Phénanthroline-1,10**, solution.

Dissoudre 0,5 g de phénanthroline-1,10 monohydratée dans de l'eau chaude et, après refroidissement sous réserve qu'il ne provoque pas de précipitation, diluer la solution à 500 cm<sup>3</sup>.

Conserver la solution loin de toute lumière et utiliser uniquement des solutions non colorées.

**4.3 Chlorure d'hydroxylammonium**, solution.

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium dans 100 cm<sup>3</sup> d'eau.

**4.4 Solution tampon.**

Dissoudre 164 g d'acétate de sodium anhydre dans 250 cm<sup>3</sup> d'eau environ et ajouter à cette solution 28,5 cm<sup>3</sup> d'acide acétique cristallisable,  $\rho$  1,05 g/cm<sup>3</sup>. Diluer ce mélange à 500 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> d'eau. Ajouter 142,5 cm<sup>3</sup> d'acide acétique cristallisable,  $\rho$  1,05 g/cm<sup>3</sup>, et diluer la solution à 500 cm<sup>3</sup>.

**4.5 Fer**, solution étalon correspondant à 0,1 g de Fe par décimètre cube.

Dissoudre dans l'eau 0,702 g, pesé à 0,000 5 g près, de sulfate double d'ammonium-fer(II) hexahydraté [(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O] dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>. Ajouter 3 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique (4.1) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

En général, cette solution restera stable durant au moins 1 mois.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution étalon contient 0,1 mg de Fe.

\* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm<sup>3</sup>), 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.

**4.6 Fer**, solution étalon de travail correspondant à 10 mg de Fe par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 10 cm<sup>3</sup> de la solution étalon de fer (4.5), les introduire dans une fiole jaugée de 100 cm<sup>3</sup> et diluer jusqu'au trait repère.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution étalon contient 0,01 mg de Fe.

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 Colorimètre** ou **spectrophotomètre**, permettant de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde voisine de 510 nm, et cuves de 5 cm de parcours optique.

**5.2 Creuset en silice** ou **en porcelaine**, de 50 à 80 cm<sup>3</sup> de capacité nominale.

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

**5.4 Plaque de matériau résistant à la chaleur et exempt de fer**, de forme carrée, d'environ 100 mm de côté et 6 mm d'épaisseur, ayant un trou central, ou **triangle en silice**. Le trou dans la plaque de matériau résistant à la chaleur ou la taille du triangle en silice doit être telle qu'environ les deux tiers du creuset dépassent en dessous de son support.

**5.5 Fioles jaugées**, de 50 cm<sup>3</sup> de capacité.

**5.6 Pipettes graduées de précision**, ou **burettes**.

**5.7 Creuset à plaque en verre fritté** de porosité P 40 ou P 100 (voir ISO 4793).

## 6 Échantillonnage

Pour le caoutchouc brut, 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 homogénéisée

Pour le dosage du fer dans le caoutchouc brut, préparer une feuille homogénéisée conformément à l'ISO 1796, de façon à produire une feuille mince.

Pour la détermination du fer dans le latex, préparer une feuille homogénéisée séchée jusqu'à masse constante comme spécifié dans l'ISO 124, en utilisant une quantité de latex mélangée soigneusement contenant au moins 10 g de solides totaux.

À tous les stades de la préparation de l'échantillon, prendre soin d'éviter toute contamination du caoutchouc par le fer, surtout par l'utilisation de couteaux ou ciseaux rouillés, cylindres de malaxeur et d'autre équipement, à moins qu'ils ne soient chromés.

### 7.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

#### 7.2.1 Préparation des solutions colorimétriques de référence

Dans une série de fioles jaugées de 50 cm<sup>3</sup> (5.5), ajouter des volumes de la solution étalon de fer (4.6) échelonnés de 0 à 20 cm<sup>3</sup> (par exemple 0; 0,5; 5; 10; 15; 20 cm<sup>3</sup>). Ces volumes contiennent de 0 à 200 µg de fer.

#### 7.2.2 Développement de la coloration

Ajouter à chacune des fioles (7.2.1), 1 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique (4.1), 10 cm<sup>3</sup> de la solution tampon (4.4), 1 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et 10 cm<sup>3</sup> de la solution de phénanthroline-1,10. Diluer les solutions avec de l'eau jusqu'au trait repère et mélanger soigneusement. Laisser reposer à la température ambiante durant 15 min.

#### 7.2.3 Mesurages photométriques

Mesurer l'absorbance des solutions en utilisant le colorimètre ou le spectrophotomètre (5.1) réglé à l'absorption maximale (environ 510 nm) en utilisant les cuves de 5 cm de parcours optique.

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, placer la cuve contenant la solution de compensation dans le faisceau de référence et mesurer l'absorbance de chacune des solutions par rapport à celle de la solution de compensation.

#### 7.2.4 Tracé de la courbe

Porter sur un graphique les lectures ainsi obtenues pour chaque solution (7.2.1) 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 Dosage

**AVERTISSEMENT — Observer les précautions et les soins nécessaires à l'analyse des éléments-trace.**

1) Une surchauffe peut entraîner une perte de fer lorsqu'on utilise des creusets en silice.

### 7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Couper en petits morceaux pesant chacun approximativement 0,1 g, environ 10 g de la prise d'essai homogénéisée (7.1) de caoutchouc brut ou de latex séché. Déposer dans le creuset (5.2) et peser à 0,01 g près. Placer le creuset dans le trou ménagé sur la plaque de matériau résistant à la chaleur (5.4). Chauffer doucement<sup>1)</sup> 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  $550 \pm 25$  °C.

En variante, envelopper la prise d'essai d'un morceau de papier filtre sans cendres de 150 mm de diamètre et placer le tout dans le creuset. Mettre le creuset et son contenu dans le four à moufle maintenu à  $550 \pm 25$  °C et fermer la porte du four.

**AVERTISSEMENT** — La porte du four 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.

Ajouter 5 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique (4.1) et 5 cm<sup>3</sup> d'eau au contenu du creuset et porter le mélange sur un bain d'eau bouillante 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 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique et faire chauffer de nouveau durant 30 min. Filtrer la solution à travers le creuset à plaque en verre fritté (5.7), transvaser le filtrat dans une fiole jaugée de 50 cm<sup>3</sup> (5.5) et, après refroidissement, diluer jusqu'au trait repère.

### 7.3.2 Développement de la coloration

Transférer une partie aliquote de la solution d'essai (7.3.1) ne contenant pas plus de 2 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique (4.1) ou 400 µg de fer dans une fiole jaugée de 50 cm<sup>3</sup> (5.5). Ajouter 10 cm<sup>3</sup> de la solution tampon (4.4), puis 1 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.3) et finalement 10 cm<sup>3</sup> de la solution de phénanthroline-1,10 (4.2). Diluer le mélange jusqu'au trait repère et laisser reposer à la température ambiante durant 15 min.

### 7.3.3 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et selon le même mode opératoire, un essai 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.

### 7.3.4 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques sur la solution d'essai (7.3.1) et sur la solution de l'essai à blanc (7.3.3) après développement de la coloration, en mesurant 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 cuve contenant la solution à blanc dans le faisceau de référence et mesurer l'absorbance de la solution d'essai 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.

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:

- identification de l'échantillon;
- référence à la présente Norme internationale;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

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

ISO 1657:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3e2630c4-5c2d-42a9-84e3-d1ca7687f8a2/iso-1657-1986>