
**Caoutchouc brut naturel et latex de
caoutchouc naturel — Dosage de
l'azote**

*Rubber, raw natural, and rubber latex, natural — Determination of
nitrogen content*

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 1656:2019](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 1656:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Macrométhode	2
5.1 Réactifs.....	2
5.2 Appareillage.....	3
5.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai.....	3
5.4 Mode opératoire.....	3
5.5 Essai à blanc.....	4
5.6 Expression des résultats.....	4
6 Semi-microméthode	5
6.1 Réactifs.....	5
6.2 Appareillage.....	7
6.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai.....	16
6.4 Mode opératoire.....	16
6.5 Essai à blanc.....	17
6.6 Expression des résultats.....	18
7 Fidélité	18
8 Rapport d'essai	18
Annexe A (informative) Fidélité	20
Bibliographie	22

[ISO 1656:2019](https://standards.iteh.ai/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 1656:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- une introduction a été ajoutée afin d'expliquer l'objet de cette révision;
- à l'Article 4, une masse connue de l'échantillon est désormais attaquée par un mélange d'acide sulfurique et de quantités catalytiques;
- la liste des réactifs en 5.1 et 6.1 a été mise à jour;
- dans les formules, la concentration exacte des solutions titrées est exprimée en eq/dm³ avec trois décimales significatives;
- la teneur en matières solides totales dans le latex a été modifiée de 2 g à 10 g en 5.3, et de 0,1 g de matières solides totales à 5 g en 6.3;
- en 5.4.1, la tolérance sur la pesée de l'échantillon a été modifiée de 0,5 mg à 0,1 mg et la teneur du mélange catalyseur a été ajoutée;
- en 5.5, une note a été ajoutée pour avertir de la non-conformité de l'essai à blanc;
- dans les Figures 8 et 10, la longueur du condenseur a été modifiée de 250 mm à 300 mm; et la longueur du tube du condenseur a été modifiée de 500 mm à 600 mm;

- à [l'Article 8](#), la note a été supprimée étant donné que les concentrations des solutions titrées utilisées ont été étalonnées;
- les données de fidélité ont été mises à jour conformément au résultat de l'ITP et l'ancienne [Annexe A](#) a été supprimée.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <http://www.iso.org/fr/members.html>.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 1656:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019>

Introduction

Le présent document a pour objet de développer une méthode de détermination de l'azote dans le caoutchouc naturel selon le procédé Kjeldahl en utilisant un catalyseur non toxique (pas de sélénium dans le mélange catalyseur). La méthode est facile à mettre en œuvre, sûre et respectueuse de l'environnement et elle ne nécessite aucun analyseur alternatif.

La précédente édition de ce document fournissait une méthode qui présentait l'avantage d'être simple et précise en utilisant un équipement ordinaire à un faible coût d'analyse. Cependant, elle utilisait du sélénium ou du séléniate de sodium dans les catalyseurs, ce qui est nocif pour l'environnement et la santé humaine.

Dans le groupe de travail Produits à base de caoutchouc du Comité consultatif de l'ANASE sur les normes et les activités relatives à la qualité (RPBWG/ACCSQ), le Vietnam a mené des études sur cette question et a finalement trouvé des mélanges de catalyseurs appropriés pour remplacer le sélénium. Le mélange $TiO_2/CuSO_4/K_2SO_4$ est le meilleur mélange de catalyseurs pour remplacer le précédent $Se/CuSO_4/K_2SO_4$. Il donne des résultats d'essai d'une grande précision, et par rapport au précédent, il est sûr pour les techniciens et l'environnement, et facile à utiliser.

En outre, le coût total du nouveau catalyseur est bien moins onéreux que celui du précédent (environ 50 % par rapport au catalyseur à base de mélange de sélénium).

Des données statistiques sont disponibles pour prouver la fiabilité de cette méthode et sa bonne répétabilité. Ces données proviennent d'un ITP réalisé parmi les laboratoires des membres de l'ANASE. Cet ITP a été autorisé par le secrétariat de l'ANASE et a été organisé par le Malaysian Rubber Board (MRB). L'ITP a été réalisé afin de comparer les résultats en utilisant le catalyseur au sélénium avec le catalyseur alternatif et également de démontrer la stabilité de la méthode.

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 1656:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/19c5dd99-8aaa-47f1-aac3-0e70bf77376c/iso-1656-2019>

Caoutchouc brut naturel et latex de caoutchouc naturel — Dosage de l'azote

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une macrométhode et une semi-microméthode pour le dosage de l'azote dans le caoutchouc brut naturel et dans le latex de caoutchouc naturel selon des variantes du procédé Kjeldahl.

NOTE Le dosage de l'azote dans le caoutchouc naturel est généralement réalisé afin d'obtenir un ordre de grandeur de la teneur en protéines. De faibles quantités d'éléments contenant de l'azote et n'étant pas des protéines sont présentes. Cependant, dans les matières sèches obtenues à partir de latex de caoutchouc naturel, ces substances peuvent contribuer de façon importante à la teneur totale en azote.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, les exigences 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 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

ISO 124, *Latex de caoutchouc — Détermination des matières solides totales*

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Une masse connue de l'échantillon est attaquée par un mélange d'acide sulfurique et d'une quantité catalytique transformant les composés de l'azote en hydrogénosulfate d'ammonium à partir duquel l'ammoniac est séparé par distillation après avoir rendu le mélange alcalin.

L'ammoniac distillé est absorbé soit dans une solution titrée d'acide sulfurique, suivie par la titration de l'excès d'acide à l'aide d'une solution basique titrée, ou dans une solution d'acide borique, puis titré à l'aide d'une solution acide titrée (étant donné que l'acide borique est un acide faible, il n'affecte pas l'indicateur utilisé pour ce titrage).

5 Macrométhode

5.1 Réactifs

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

5.1.1 Mélange catalyseur

5.1.1.1 Mélange catalyseur à base de dioxyde de titane.

Bien mélanger ces produits chimiques comme suit (il est recommandé d'utiliser un mortier et un pilon):

- 100 g de sulfate anhydre de potassium (K_2SO_4);
- 3 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- 3 g de dioxyde de titane (TiO_2).

5.1.1.2 Mélange catalyseur à base de sélénium.

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de sélénium, éviter de respirer les vapeurs et/ou tout contact avec la peau ou les vêtements. Travailler uniquement sous ventilation adéquate.

Bien mélanger ces produits chimiques comme suit (il est recommandé d'utiliser un mortier et un pilon):

- 30 parties en masse de sulfate anhydre de potassium (K_2SO_4);
- 4 parties en masse de sulfate de cuivre pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- 1 partie en masse de poudre de sélénium ou 2 parties en masse de séléniate de sodium décahydraté ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$).

5.1.2 Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

5.1.3 Solution de tétraborate de disodium (solution étalon de référence), $c(Na_2B_4O_7) = 0,10 \text{ eq/dm}^3$ ($0,050 \text{ mol/dm}^3$).

Peser exactement 19,261 6 g de $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ($M = 381,38 \text{ g/mol}$; $N = 190,69 \text{ g/eq}$; dosage = 99 %) dans un bécher, dissoudre avec de l'eau. À l'aide d'une tige en verre, les verser soigneusement dans un ballon jaugé de $1\ 000 \text{ cm}^3$, rincer plusieurs fois le bécher et la tige en verre, et ajouter la solution de rinçage dans le ballon jaugé, compléter le marquage avec de l'eau et bien secouer.

5.1.4 Solution titrée d'acide sulfurique, $c(H_2SO_4) = 0,1 \text{ eq/dm}^3$ ($0,05 \text{ mol/dm}^3$).

L'étalonnage de cette solution par une solution étalon de référence se fait comme suit:

- Verser $10,0 \text{ cm}^3$ de $Na_2B_4O_7$, $c(Na_2B_4O_7) = 0,10 \text{ eq/dm}^3$ ($0,050 \text{ mol/dm}^3$) (5.1.3) dans un ballon de 100 cm^3 .
- Ajouter 2 gouttes d'indicateurs (5.1.8), titrer cette solution avec du H_2SO_4 (5.1.4). La fin du titrage se caractérise par le changement de couleur de la solution, passant du vert au rose.
- Exprimer la concentration normale de H_2SO_4 , telle que donnée par la Formule (1):

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \quad (1)$$

où

V_1 est le volume de la solution $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (5.1.3), exprimée en cm^3 ;

V_2 est le volume de la solution H_2SO_4 (5.1.4) requise pour le titrage, exprimé en cm^3 ;

c_1 est la concentration de la solution étalon $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (5.1.3) exprimée en eq/dm^3 ;

c_2 est la concentration exacte de la solution H_2SO_4 (5.1.4), exprimée en eq/dm^3 .

Calculer et indiquer la concentration exacte de la solution titrée à base d'acide sulfurique, à trois décimales significatives.

5.1.5 Solution titrée d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ eq/dm}^3$ ($0,1 \text{ mol/dm}^3$).

L'étalonnage de cette solution est réalisé de la même manière que celle démontrée en 5.1.4, en utilisant la solution d'acide sulfurique de $0,1 \text{ eq/dm}^3$ avec la concentration exacte comme solution étalon de référence.

5.1.6 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH})$ approximativement 10 mol/dm^3 (densité de 40 %).

Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium solide dans environ 600 cm^3 d'eau et diluer à $1\,000 \text{ cm}^3$.

5.1.7 Solution d'acide borique, $c(\text{H}_3\text{BO}_3)$ approximativement $0,17 \text{ mol/dm}^3$.

Dissoudre 10,5 g d'acide borique solide dans de l'eau, en la réchauffant si nécessaire, et diluer à $1\,000 \text{ cm}^3$, puis refroidir la solution à température ambiante.

5.1.8 Solution d'indicateur mixte.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle et 0,05 g de bleu de méthylène dans 100 cm^3 d'éthanol à au moins 95 % (fraction volumique).

Cet indicateur peut se détériorer en cours de stockage et doit donc être fraîchement préparé.

5.2 Appareillage

Appareil courant de laboratoire et appareil de Kjeldahl, muni d'un ballon d'attaque d'une capacité de 800 cm^3 .

5.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai

Pour le dosage de l'azote dans le caoutchouc brut, une prise d'essai doit être prélevée sur l'échantillon homogénéisé, échantillonnée et préparée conformément à l'ISO 1795.

Pour le dosage de l'azote dans le latex, une portion représentative (comme spécifié dans l'ISO 123) de latex soigneusement mélangée et homogénéisée contenant environ 10 g de matières solides totales doit être séchée jusqu'à masse constante, comme spécifié dans l'ISO 124.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Découper en petits morceaux environ 2 g du caoutchouc ou du latex séché, pesé à 0,1 mg près et les introduire dans le ballon d'attaque (voir 5.2). Ajouter environ 18 g du mélange catalyseur à base de

dioxyde de titane (5.1.1.1), ou 13 g du mélange catalyseur à base de sélénium (5.1.1.2), et 60 cm³ d'acide sulfurique (5.1.2). Mélanger le contenu du ballon en l'agitant, puis le porter à ébullition douce jusqu'à ce que la solution devienne claire. Poursuivre l'ébullition pendant 1 h.

NOTE Les fumées acides dégagées lors de la digestion sont piégées dans une solution alcaline et neutralisées avant décharge.

Laisser refroidir le ballon d'attaque et son contenu à température ambiante, puis ajouter avec précaution 200 cm³ d'eau et mélanger en agitant le ballon.

Mettre la fiole réceptrice contenant la solution absorbante en position, relier l'appareil de distillation, puis verser lentement 150 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6) dans le ballon d'attaque à l'aide d'un entonnoir à robinet.

5.4.2 Procéder à l'absorption et au titrage de l'ammoniac libéré selon le mode opératoire décrit en a) ou en b). La température de la fiole réceptrice doit être maintenue en dessous de 30 °C pour empêcher toute perte d'ammoniac. S'assurer de la bonne élimination des déchets contenant du sélénium dans le ballon de distillation.

a) Dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller, verser 75 cm³ d'eau et, à l'aide d'une pipette, 25 cm³ de la solution d'acide sulfurique (5.1.4) avec deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (5.1.8). Placer la fiole réceptrice de sorte que l'extrémité du tube de sortie du réfrigérant soit en dessous de la surface de la solution absorbante. Tout en maintenant le bouchon du ballon d'attaque en place, remuer son contenu pour bien le mélanger. Commencer aussitôt la distillation et la poursuivre à régime stable jusqu'à ce que l'on ait recueilli 200 cm³ de distillat. Si la couleur de l'indicateur change, cela indique l'alcalinité de la solution absorbante. Interrompre le dosage et répéter le mode opératoire en utilisant davantage d'acide sulfurique ou une prise d'essai plus petite.

Lorsque la distillation est terminée (habituellement, lorsque le volume de la solution dans la fiole réceptrice atteint 300 cm³), titrer le contenu de la fiole avec de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5) en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

b) Introduire 100 cm³ de la solution d'acide borique (5.1.7) dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller et deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (5.1.8). Procéder à la distillation comme décrit en a) et titrer le distillat avec de la solution d'acide sulfurique (5.1.4) en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

5.5 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactifs dans les mêmes conditions opératoires, mais en omettant la prise d'essai.

NOTE Les essais à blanc au sein d'un même laboratoire sont presque identiques dans le temps. Normalement, l'essai à blanc ne montre que des traces d'ammoniac presque égales à zéro, si le titrant de l'essai à blanc est anormal. Cela signifie que le lot en question soumis à essai est contaminé. Un audit de tous les processus, y compris l'équipement et l'environnement du laboratoire, est recommandé pour éliminer la source des facteurs d'influence.

5.6 Expression des résultats

5.6.1 Lorsque l'acide sulfurique est utilisé comme solution absorbante comme spécifié en 5.4.2 a), la teneur en azote du caoutchouc, c_N , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$c_N = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 1,4}{m} \quad (2)$$

où

V_1 est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5) nécessaire pour le titrage, exprimé en cm^3 ;

V_2 est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5) nécessaire pour le titrage dans l'essai à blanc, exprimé en cm^3 ;

c est la concentration exacte d'hydroxyde de sodium, exprimée en eq/dm^3 , à trois décimales significatives;

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en g.

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

5.6.2 Lorsque l'acide borique est utilisé comme solution absorbante comme spécifié en 5.4.2 b), la teneur en azote du caoutchouc, c_N , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la [Formule \(3\)](#):

$$c_N = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 1,4}{m} \quad (3)$$

où

V_3 est le volume de la solution d'acide sulfurique (5.1.4) nécessaire pour le titrage de l'échantillon, exprimé en cm^3 ;

V_4 est le volume de la solution d'acide sulfurique (5.1.4) nécessaire pour le titrage dans l'essai à blanc, exprimé en cm^3 ;

c est la concentration exacte d'acide sulfurique, exprimée en eq/dm^3 , avec trois décimales significatives;

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en g.

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

6 Semi-microméthode

6.1 Réactifs

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

6.1.1 Mélange catalyseur

6.1.1.1 Mélange catalyseur à base de dioxyde de titane.

Bien mélanger ces produits chimiques comme suit (il est recommandé d'utiliser un mortier et un pilon):

- 100 g de sulfate anhydre de potassium (K_2SO_4);
- 3 g de sulfate de cuivre pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);