

## NOTICE D'ESSAI N° 8

### *Dosage du cuivre dans les élastomères*

#### **Avertissement**

**L'eau régale est un acide fort. Il est nécessaire de prendre des précautions lors de sa préparation et de son utilisation (gants et lunette).**

#### **1. Objet et domaine d'application**

La présente notice a pour but de fixer les conditions d'essai et les modes opératoires à suivre pour déterminer la quantité de cuivre contenu dans les élastomères bruts et les latex. (Si cela est possible, on privilégiera la méthode A.)

#### **2. Principes**

##### *2.1. Méthode A*

Une prise d'essai est calcinée à  $550 \pm 25$  °C, conformément à l'ISO 247, méthode A ou B. Les cendres sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique, la solution est aspirée dans un spectromètre d'absorption atomique et l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 324,7 nm, en utilisant une lampe à cathode creuse au cuivre comme source d'émission du cuivre. Les silicates éventuellement présents sont volatilisés par l'acide sulfurique et l'acide fluorhydrique.

##### *2.2. Méthode B*

Une prise d'essai est calcinée à  $550 \pm 25$  °C. Le cuivre est mis en solution chloroformique et forme un complexe jaune avec le diéthyl thiocarbamate. Le fer est complexé par l'acide citrique en milieu ammoniacal. On réalise, ensuite, un dosage spectrophotométrique du complexe du cuivre.

#### **3. Méthode A**

L'essai est effectué dans les conditions définies par la norme NF ISO 6101-3 (T43-108).

#### **4. Méthode B**

##### *4.1. Réactifs*

- sulfate de sodium anhydre ;
- sulfate de zinc ;
- eau régale (1 volume d'acide nitrique, 2 volumes d'acide chlorhydrique et 3 volumes d'eau) ;
- acide sulfurique ;
- solution d'acide citrique (50 g d'acide dans 100 ml d'eau) ;
- ammoniacque pure ;
- chloroforme pour analyse ;
- solution chloroformique de diéthylthiocarbamate de zinc à 1 g/l.

Dissoudre 1 gramme de diéthylthiocarbamate de sodium, dans l'eau à laquelle on ajoute 2 grammes de sulfate de zinc. Extraire le diéthylthiocarbamate de zinc résultant en mélangeant par agitation 100 ml de chloroforme, séparer la solution chloroformique et diluer à 1 000 ml avec du chloroforme ;

- papier pH ;
- solution étalon cuivre.

Peser 0,393g de sulfate de cuivre penta-hydraté ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans un bécher, dissoudre dans de l'eau. Ajouter 3 ml d'acide sulfurique, transférer la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml et diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait de jauge (solution mère). Prélever 10 ml de cette solution mère, les verser dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait de jauge (solution étalon). La solution étalon doit être fraîchement préparée à partir de la solution mère. La solution mère peut être conservée.

#### 4.2. Appareillage et verrerie

- verrerie classique de laboratoire ;
- papier filtre sans cendre ;
- ampoule à décanter de 250 ml ;
- bain-marie ;
- four à moufle ;
- spectrophotomètre UV visible.

#### 4.3. Préparation de l'échantillon

Prélever environ 5 g d'élastomère.

#### 4.4. Mode opératoire

On doit tout d'abord vérifier que l'élastomère ne contient pas de chlore. Cela peut être effectué par la méthode de Beilstein :

On chauffe au rouge à la flamme une tige de cuivre jusqu'à disparition de toute couleur verdâtre de la flamme, laisser refroidir et déposer sur la tige une faible quantité du composé. Chauffer de nouveau la tige de cuivre au rouge, une coloration bleu-vert indique la présence d'halogène.

##### 4.4.1. Calcination

Peser précisément la prise d'essai. Envelopper l'élastomère dans un papier filtre sans cendre et transférer le tout dans un creuset en silice. Calciner le tout dans un four à moufle à 300 °C pendant une heure puis à 550 °C pendant 1 h 30.

On calcinera en même temps un témoin (papier filtre sans cendre). Les cendres obtenues lors de cette calcination seront traitées comme celles des échantillons. La solution obtenue servira d'essai à blanc.

##### 4.4.2. Mise en solution

Humidifier dans le creuset les cendres obtenues avec 1 ml d'eau, puis ajouter 10 mm<sup>3</sup> d'eau régale. Chauffer le creuset recouvert d'un verre de montre sur un bain-marie pendant 1 heure.

Transférer le contenu du creuset dans un bécher et ajouter 5 ml d'acide citrique. Verser goutte-à-goutte la solution d'ammoniacale jusqu'à ce que la solution soit alcaline (contrôler à l'aide du papier pH).

Refroidir le bécher en le passant sous l'eau courante et transférer la solution dans une ampoule à décanter. Ajouter 2 ml d'ammoniacale puis diluer avec environ 40 ml d'eau.

##### 4.4.3. Extraction au chloroforme

A l'aide d'une burette ajouter 25 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de zinc et agiter la fiole. Avant séparation recueillir rapidement l'extrait chloroformique dans un flacon contenant une pincée de sulfate de sodium anhydre. Boucher le flacon.

#### 4.4.4. Dosage

Mesurer la densité optique à 435 nm. La solution de référence utilisée est l'essai à blanc.

La teneur en cuivre est déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage. Si la coloration de la solution est trop importante, il est nécessaire de réaliser une dilution.

#### 4.4.5. Préparation des standards

Préparer une série de 6 béchers de 250 ml

Introduire dans chacun d'entre eux :

Standard.....	1	2	3	4	5	6
ml de solution étalon.....	0	2	4	6	8	10
mg de cuivre.....	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10

Ajouter 5 ml d'acide citrique et verser goutte-à-goutte la solution d'ammoniaque jusqu'à ce que la solution soit alcaline. Refroidir la solution et transférer le contenu du bécher dans une ampoule à décanter. Ajouter 2 ml de la solution d'ammoniaque et diluer avec environ 40 ml d'eau.

Ajouter (à la pipette) 25 ml de la solution chloroformique de diéthylthiocarbamate de zinc et agiter. Après séparation, recueillir rapidement l'extrait chloroformique dans un flacon à col rodé.

#### 4.4.6. Etalonnage et calcul

Mesurer la densité optique à 435 nm. La solution de référence utilisée est l'essai à blanc.

Tracer la courbe Densité optique = f(Concentration). La concentration des étalons est exprimée en mg.

Les résultats sont exprimés en mg de cuivre par gramme d'élastomère.

L'essai est effectué dans les conditions définies par la notice présentée en annexe.

### 5. Procès-verbal d'essai

Il indique :

- la référence à la présente notice ;
- les références des pièces sur lesquelles les éprouvettes ont été prélevées ;
- la méthode utilisée ;
- les résultats obtenus ;
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents susceptibles d'avoir une influence sur les résultats.