
Norme internationale



4655

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

Caoutchouc — Latex de styrène-butadiène renforcé — Détermination de la teneur totale en styrène lié

Rubber — Reinforced styrene-butadiene latex — Determination of total bound styrene content

Deuxième édition — 1985-05-15

ITIH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4655:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b93dae-dafa-4652-984e-4306f22bcc0e/iso-4655-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b93dae-dafa-4652-984e-4306f22bcc0e/iso-4655-1985>

CDU 678.031 : 678.746.22 : 543.8

Réf. n° : ISO 4655-1985 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc synthétique, caoutchouc butadiène-styrène, latex, analyse chimique, dosage, styrène, matériel d'essai.

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 4655 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

La Norme internationale ISO 4655 a été pour la première fois publiée en 1977. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision mineure.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4655:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48b93dae-dafa-4652-984e-4306925e0c6e/iso-4655-1985>

Caoutchouc — Latex de styrène-butadiène renforcé — Détermination de la teneur totale en styrène lié

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la teneur totale en styrène lié des latex de styrène-butadiène renforcés par du polystyrène ou un copolymère styrène-butadiène.¹⁾

Ces deux méthodes, la méthode carbone/hydrogène et la méthode par nitration, donnent des résultats comparables bien que leurs principes diffèrent. On peut donc choisir l'une ou l'autre.

NOTE — Tout matériau auxiliaire présent dans la prise d'essai peut exercer une influence sur la précision de la détermination.

2 Références

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

ISO 2453, *Copolymères butadiène-styrène — Dosage du styrène lié.*

3 Principes

Dans les deux méthodes, le latex est coagulé par le propanol-2 puis le coagulum est lavé, décheté et séché sous vide.

Dans la méthode carbone/hydrogène, le polymère sec est soumis à une combustion contrôlée et le dioxyde de carbone et l'eau dégagés sont absorbés quantitativement. La teneur en styrène lié est calculée à partir des masses de dioxyde de carbone et d'eau absorbées. La méthode repose sur le fait que les proportions en carbone sont différentes dans le butadiène (88,82 %) et dans le styrène (92,26 %).

Dans la méthode par nitration, le polymère sec est nitré, puis oxydé. Le styrène lié est alors transformé en acide *p*-nitrobenzoïque, qui est séparé par extraction. La teneur en styrène lié est mesurée par absorption dans l'ultraviolet à 265, 274 et 285 nm.

4 Méthode carbone/hydrogène

4.1 Réactifs et produits

Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être observées lorsqu'on effectue les opérations spécifiées dans la présente Norme internationale.

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

4.1.1 Acide sulfurique, à 96 % (*m/m*).

4.1.2 Amiante sodé, en granules de 710 à 1 000 μm , changeant de couleur par absorption de dioxyde de carbone.

4.1.3 Perchlorate de magnésium, en granules de 710 à 1 000 μm .

AVERTISSEMENT — Ce produit est explosif. Le manipuler selon les instructions du fabricant.

4.1.4 Oxyde de cuivre(II), sous forme de fil.

4.1.5 Catalyseur à l'oxyde de cuivre(II)/oxyde de cobalt (Co_3O_4).

Porter 98 g d'oxyde de cuivre(II) à 700 ± 25 °C dans un four et les y maintenir durant 1 h; refroidir et mélanger intimement à 8 g de nitrate de cobalt(II) dissous dans la quantité minimale d'eau nécessaire. Chauffer à 120 °C durant 1 h en agitant de temps en temps, puis porter et maintenir à 700 ± 25 °C dans un four durant 1 h, dans un creuset en silice.

4.1.6 Amiante platiné, à 5 % de platine.

4.1.7 Toile en fil d'argent, ayant une ouverture de maille moyenne de 250 ± 15 μm , de 70 mm de côté, enroulée dans un tube rigide de 13 mm de diamètre.

Le rouleau doit être dégraissé à l'éther, puis immergé durant quelques secondes dans de l'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 3 \text{ mol/dm}^3$, pour éliminer tous les oxydes et/ou sulfates, rincé abondamment à l'eau et séché durant 1 h à 105 °C, puis durant 1 h à 700 ± 25 °C dans un four.

1) Ces deux méthodes sont également applicables à la détermination de la teneur en styrène lié des latex de styrène-butadiène non renforcés.

4.1.8 Fil d'argent.

4.1.9 Propanol-2.

4.1.10 Acide benzoïque.

4.1.11 Naphtalène.

4.1.12 SBR étalon, de teneur en styrène lié connue avec précision (environ 23,5 %), déterminée selon l'ISO 2453.

4.2 Appareillage

Une disposition convenable de l'appareil à combustion est représentée à la figure 1. Avant d'être mélangés, l'air et l'oxygène passent séparément dans un flacon détenteur contenant de l'acide sulfurique (4.1.1), un tube de garde (4.2.1) éliminant le dioxyde de carbone et l'humidité, un robinet à pointe réglant le débit et un rotamètre calibré (4.2.2). Le mélange gazeux passe à travers le tube purificateur (4.2.3) et un autre tube de garde (4.2.1), puis dans le tube à combustion (4.2.4). Les produits de combustion passent dans deux tubes absorbeurs (4.2.5) dans lesquels sont recueillis l'eau et le dioxyde de carbone. La plus grande partie du tube purificateur et environ la moitié du tube à combustion sont placés dans le four (4.2.6).

Toutes les jonctions verre-verre doivent être étanches aux gaz. L'étanchéité peut être réalisée au moyen d'un manchon en caoutchouc silicone pour raccorder bout à bout deux tubes en verre, ou par utilisation de tubes à rodage conique. Tous les joints existant entre le tube purificateur et les tubes absorbeurs doivent rester étanches aux gaz à 700 ± 25 °C.

4.2.1 Tubes de garde, d'un volume approximatif de 35 cm^3 , remplis à moitié de l'amiante sodé (4.1.2) du côté entrée du gaz et à moitié du perchlorate de magnésium (4.1.3) du côté sortie du gaz.

4.2.2 Rotamètres, calibrés dans la gamme 2 à $25 \text{ cm}^3/\text{min}$, un pour l'oxygène et l'autre pour l'air.

4.2.3 Tube purificateur, contenant de l'oxyde de cuivre(II) sous forme de fil (4.1.4) et possédant les caractéristiques indiquées à la figure 2.

4.2.4 Tube à combustion, en silice transparente, possédant les caractéristiques indiquées à la figure 3.

Le fil d'argent situé dans le bec du tube, en contact avec la toile (4.1.7), est destiné à empêcher la condensation de l'eau. Le catalyseur à l'oxyde de cuivre(II)/oxyde de cobalt (4.1.5) doit être soigneusement introduit dans le tube de manière à éviter les irrégularités dans le débit de gaz.

La zone de pyrolyse du tube est entourée de trente éléments chauffants indépendants, d'une puissance approximative de 50 W chacun. Chaque élément chauffant est constitué par

environ 500 mm de fil de nickel-chrome (de 0,5 mm de diamètre) enroulé en spirale lâche, permettant de voir l'intérieur du tube, sur une longueur de 5 à 8 mm. La totalité de la zone de pyrolyse est protégée par un manchon à charnières, en acier inoxydable, destiné à garder la chaleur et à protéger des courants d'air.

L'extrémité du tube est fermée par un rodage 19/26 maintenu par des ergots et des ressorts.

4.2.5 Tubes absorbeurs, en verre sodé, de 0,25 à 0,50 mm d'épaisseur de paroi, possédant les caractéristiques indiquées à la figure 4.

La masse à vide de chaque tube, pour l'absorption de l'eau a), pour l'absorption du dioxyde de carbone b), ne doit pas dépasser 7,5 g.

Chaque tube doit être soigneusement rempli, aussi vite que possible de manière à éviter toute absorption d'humidité ou de dioxyde de carbone, en évitant également tout tassage ou sous-remplissage. Ensuite, les deux bouchons doivent être fermés.

Le tube a) doit être raccordé au bec du tube à combustion, comme indiqué à la figure 4. L'autre extrémité du tube a) doit être connectée au tube b) qui contient l'amiante sodé.

4.2.6 Four, possédant les caractéristiques indiquées à la figure 5.

Le fil de nickel-chrome enroulé sur le tube en silice de petit diamètre développe une puissance d'environ 80 W. Le fil enroulé sur le tube en silice de gros diamètre développe une puissance d'environ 135 W. Les deux tubes sont maintenus individuellement à 700 ± 25 °C, selon les indications des thermocouples, au moyen d'autotransformateurs.

4.2.7 Nacelles en platine, 16 mm × 5,5 mm, avec manchon en platine.

4.2.8 Microbalance, précise à 2 µg.

4.2.9 Chronomètre, précis à 1 s.

4.3 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué selon l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 123.

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Diluer 5 g de latex dans 2 à 3 cm^3 d'eau. À l'aide d'une pipette, ajouter sous forte agitation le latex dilué, dans 100 cm^3 du propanol-2 (4.1.9) à environ 23 °C; laisser reposer et décanter le liquide surnageant. Agiter vigoureusement avec de l'eau pour laver le coagulum et égoutter parfaitement sur un entonnoir de Buchner. Laver abondamment avec de l'eau. Laisser durant

* La verrerie graduée soit en cm^3 soit en ml est satisfaisante pour utilisation comme décrit dans le mode opératoire de la présente Norme internationale.

toute la nuit dans de l'eau froide, égoutter, puis rincer soigneusement avec du propanol-2, déchiqueter et sécher dans un récipient ouvert, sous vide, à environ 50 °C jusqu'à masse constante. Manipuler l'échantillon pour essai de façon à éviter toute contamination.

Si l'échantillon pour essai ne peut pas être utilisé immédiatement, le stocker sous azote, dans un endroit frais et sombre.

4.5 Mode opératoire

Introduire le tube purificateur (4.2.3) et le tube à combustion (4.2.4), récemment remplis, dans le four (4.2.6) et assembler l'appareillage selon le schéma de la figure 1. Faire passer l'oxygène et l'air avec un débit de 20 cm³/min et porter le four à 700 ± 25 °C.

Maintenir la température du four à 700 ± 25 °C durant environ 16 h, afin d'éliminer l'eau et les traces de matières organiques. Contrôler la reproductibilité et les performances du système de combustion par des essais répétés sur l'acide benzoïque (4.1.10), jusqu'à ce que l'on obtienne les valeurs de 68,84 ± 0,08 % pour le carbone et 4,95 ± 0,03 % pour l'hydrogène. Utiliser des échantillons de 20 mg de l'acide benzoïque et le premier programme de chauffage spécifié dans le tableau.

Maintenir les débits d'oxygène et d'air à 20 ± 1 cm³/min, et la température du four à 700 ± 25 °C, jusqu'au moment où le remplacement des garnitures de tube s'avère nécessaire.

Peser approximativement 15 mg du naphthalène (4.1.11) dans une nacelle en platine (4.2.7) ayant été précédemment immergée dans de l'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 5 \text{ mol/dm}^3$, bouillissant, puis portée au rouge et refroidie dans un microdessiccateur. Introduire la nacelle dans un manchon en platine bien ajusté et conserver dans un dessiccateur.

Les opérations suivantes a), b) et c) devront être exécutées en moins de 4 min :

- En manipulant avec des gants en peau de chamois, assembler les tubes absorbeurs (4.2.5), tarés approximativement, et le tube à combustion (4.2.4).
- Enlever le rodage 19/26 du tube à combustion et insérer la nacelle au moyen d'une tige d'acier inoxydable (conservée dans un tube en verre), de manière que le bec de la nacelle atteigne le 18^e élément chauffant. Enfoncer légèrement le bouchon rodé sur le tube afin que l'air introduit avec la nacelle puisse être entraîné par le courant gazeux durant 1 min, puis fermer hermétiquement le tube.
- Ouvrir les quatre tubes absorbeurs, en commençant par le plus voisin du four, et vérifier la constance du débit de gaz.

Mettre en service les éléments chauffants de la zone de pyrolyse, en respectant le deuxième programme de chauffage spécifié dans le tableau. À l'issue de la période de combustion (30 min), opérer un balayage par gaz des tubes durant 20 min.

Pendant qu'a lieu la combustion, découper finement l'échantillon pour essai, en répartir régulièrement 20 à 25 mg dans la nacelle en platine (4.2.7) préparée selon la méthode indiquée précédemment, et mettre dans un dessiccateur.

Après 50 min, refermer les tubes absorbeurs, dans l'ordre inverse de leur ouverture, et déclencher un chronomètre (pour minuter les opérations de pesée à venir). Détacher les tubes avec précaution et, en portant des gants en peau de chamois, essuyer doucement les extrémités ayant été au contact du manchon en caoutchouc silicone. Transporter les tubes, sur un ratelier, dans la salle des balances.

Ajuster le zéro de la microbalance (4.2.8) et placer le tube contenant le perchlorate de magnésium [4.2.5 a)] sur les supports du plateau gauche et un flacon de tare, contenant des billes de verre, sur le plateau droit. Ajouter des billes de verre dans le flacon pour obtenir un équilibre approximatif et achever de réaliser l'équilibre au moyen des cavaliers de pesée. Lorsque le chronomètre indique 5 min, débloquent la balance et faire la lecture 60 s après. Procéder de la même manière avec l'autre tube absorbeur [4.2.5 b)], débloquent la balance lorsque le chronomètre indique 9 min et faire la lecture 60 s après. Relever la masse des tubes absorbeurs, alors conditionnés, pour déterminer la masse de la prise d'essai.

En moins de 4 min, réassembler les tubes absorbeurs et le tube à combustion et, en utilisant la nacelle en platine contenant la prise d'essai, répéter les opérations b) et c) précédentes. Mettre en service les éléments chauffants de la zone de pyrolyse, en respectant le troisième programme de chauffage spécifié dans le tableau. À l'issue de la période de combustion (30 min), opérer un balayage par gaz des tubes durant 20 min, reprendre le mode opératoire décrit dans les deux alinéas précédents (mais en omettant d'ajouter les billes de verre dans le flacon de tare).

Calculer, par différence, les masses d'eau et de dioxyde de carbone produites par la prise d'essai.

L'appareillage peut être utilisé pour l'analyse d'autres prises d'essai, jusqu'au moment où le remplacement des garnitures de tube s'avère nécessaire. La vérification de l'efficacité des garnitures, ainsi que les performances de l'appareillage en général, se fait en analysant quotidiennement un échantillon du SBR étalon (4.1.12). Remplacer les garnitures de tube lorsque les résultats de déterminations successives du rapport carbone/hydrogène du SBR étalon diffèrent de plus de 0,02.

4.6 Expression des résultats

Calculer la teneur en styrène lié, S , en pourcentage de la masse du polymère sec du latex, selon l'équation

$$S = 29,083 \times \left[\frac{100 \times m_1}{(0,410\ 03 \times m_2) + m_1} \right] - 2\ 583,1$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, de dioxyde de carbone produite par la prise d'essai;

m_2 est la masse, en milligrammes, d'eau produite par la prise d'essai.

Si les résultats de deux déterminations successives ne concordent pas à 0,5 unité près, effectuer deux autres déterminations.

5 Méthode par nitration

5.1 Réactifs

Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être observées lorsqu'on effectue les opérations spécifiées dans la présente Norme internationale.

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

5.1.1 Acide nitrique, à 70 % (m/m).

5.1.2 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/dm}^3$.

5.1.3 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes.

5.1.4 Chlorure de sodium, solution saturée.

5.1.5 Sulfate de sodium, anhydre.

5.1.6 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

5.1.7 SBR étalon, de teneur en styrène lié connue avec précision (environ 23,5 %), déterminée selon l'ISO 2453.

5.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.2.1 Ballon à distiller, de 100 ml de capacité, muni d'un joint conique normalisé convenable pour s'adapter au réfrigérant (5.2.2).

5.2.2 Réfrigérant à reflux, à refroidissement par eau, de largeur et de configuration suffisantes à éviter la perte de vapeur de l'acide nitrique, muni d'un joint conique normalisé convenable pour s'adapter au ballon (5.2.1).

5.2.3 Spectromètre à ultraviolet, équipé de cuves en silice de 10 mm, couvrant une gamme d'absorbances (densités optiques) de 260 à 290 nm.

5.3 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué selon l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 123.

5.4 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai comme spécifié en 4.4.

5.5 Mode opératoire

Découper finement l'échantillon pour essai; en peser, à 0,1 mg près, une quantité égale au quotient de 4,5 par le pourcentage présumé en styrène lié. Mettre la prise d'essai dans le ballon (5.2.1). Ajouter 20 cm³ de l'acide nitrique (5.1.1) et quelques grains de carborundum. Mettre le ballon sur une plaque chauffante froide, chauffer à reflux durant 16 à 18 h en utilisant le

réfrigérant à reflux (5.2.2). Arrêter le chauffage, verser 10 à 20 cm³ d'eau par l'extrémité supérieure du réfrigérant et faire descendre l'eau dans le ballon lors du refroidissement.

NOTE — Effectuer avec soin les opérations suivantes de transvasement et d'extraction, car la précision de la détermination dépend de l'adresse avec laquelle ces opérations sont exécutées.

Transférer le mélange du ballon dans un bécher de 400 cm³, puis rincer le ballon et son joint conique normalisé en recueillant l'eau de rinçage dans le bécher. Ramener le bécher à la température ambiante. Verser 50 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.2) dans le ballon et transvaser de nouveau dans le bécher en rinçant comme précédemment. Si la solution contenue dans le bécher n'est pas fortement acide (vérifiée avec un papier pH), ajouter de l'acide nitrique. Ramener à la température ambiante. Transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 500 cm³ et rincer le bécher à l'eau, en recueillant l'eau de rinçage dans l'ampoule.

Agiter la solution dans l'ampoule à décanter, après addition de 50 cm³ de l'oxyde diéthylique (5.1.3), et laisser les phases se séparer. Recueillir la phase aqueuse inférieure dans le bécher. Ajouter 25 cm³ de la solution de chlorure de sodium (5.1.4) à la phase éthérée. Soutirer quelques centimètres cubes dans le bécher, pour nettoyer la tige de l'ampoule à décanter. Agiter, puis laisser les phases se séparer. Soutirer la phase aqueuse dans le bécher. Soutirer la phase éthérée dans un bécher de 250 cm³ contenant 4 à 5 g du sulfate de sodium (5.1.5). Rajouter 50 cm³ d'oxyde diéthylique dans l'ampoule et soutirer quelques centimètres cubes dans le bécher de 250 cm³, pour nettoyer la tige de l'ampoule. Agiter avec soin, en tournant, le bécher de 250 cm³ et transvaser la phase éthérée dans une seconde ampoule à décanter.

Extraire encore deux fois la phase aqueuse, de la même manière, en séchant chaque extrait éthéré sur le même sulfate de sodium et en le recueillant dans la seconde ampoule à décanter.

Extraire les extraits éthérés combinés quatre fois avec des fractions de 50 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6). Recueillir les extraits aqueux dans une fiole jaugée de 250 ml. Après chaque extraction, soutirer quelques centimètres cubes de la nouvelle fraction de solution d'hydroxyde de sodium, avant agitation, de manière à rincer la tige de l'ampoule à décanter en recueillant le liquide de rinçage dans la fiole jaugée. Compléter au volume avec de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6) et homogénéiser. Prélever 25 cm³ à la pipette et les introduire dans une seconde fiole jaugée de 250 cm³, compléter au volume avec de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6) et homogénéiser.

En utilisant la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6) dans la cuve de référence du spectromètre à ultraviolet (5.2.3), mesurer l'absorbance de la solution contenue dans la seconde fiole jaugée, à 265, 274 et 285 nm.

5.6 Détermination des constantes d'étalonnage (K_1 , K_2 et K_3)

Découper finement un échantillon du SBR étalon (5.1.7) et peser, à 0,1 mg près, au moins trois prises d'essai d'environ 190 mg. Effectuer, sur chaque prise d'essai, la nitration selon le mode opératoire spécifié en 5.5.

Pour chaque prise d'essai, calculer le pouvoir absorbant (coefficient spécifique d'extinction) du styrène nitré pour chaque longueur d'onde, selon la formule

$$\frac{A/C_0 - K'(1 - X)}{X}$$

où

A est l'absorbance de la solution;

C_0 est la concentration, en grammes par décimètre cube, de SBR étalon dans la solution;

K' est le pouvoir absorbant du butadiène nitré, soit 0,373 à 265 nm, 0,310 à 274 nm et 0,265 à 285 nm;

X est la fraction de styrène lié du SBR étalon.

Calculer le pouvoir absorbant moyen, K , pour chaque longueur d'onde, sur la base des résultats relatifs aux trois prises d'essai séparées.

5.7 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en styrène lié, S , en pourcentage de la masse de polymère sec du latex, selon l'équation

$$S = \frac{1}{3} (S_1 + S_2 + S_3)$$

où

$$S_1 = (100 A_1/C - 37,3)/(K_1 - 0,373)$$

$$S_2 = (100 A_2/C - 31,0)/(K_2 - 0,310)$$

$$S_3 = (100 A_3/C - 26,5)/(K_3 - 0,265)$$

où

A_1 , A_2 et A_3 sont les absorbances de la solution, aux longueurs d'onde respectives de 265, 274 et 285 nm;

C est la concentration de la prise d'essai calculée selon

$$C = 0,4 m$$

m étant la masse, en grammes, de la prise d'essai d'origine dans 250 cm³;

K_1 , K_2 et K_3 sont les pouvoirs absorbants du styrène nitré, aux longueurs d'onde respectives de 265, 274 et 285 nm, déterminés selon 5.6.

Si les résultats de deux déterminations successives ne concordent pas à 0,6 unité près, effectuer deux autres déterminations.

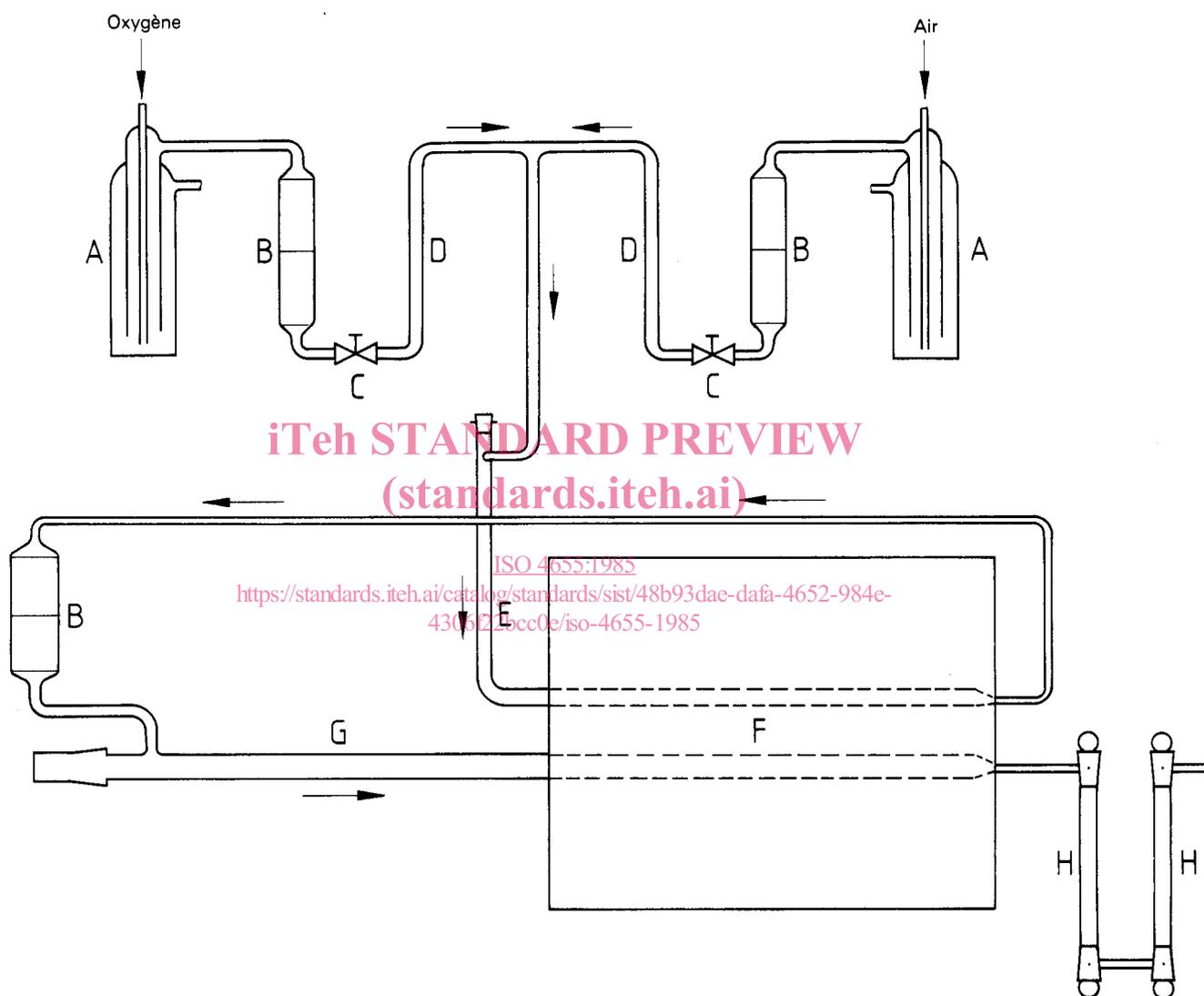
6 Procès-verbal d'essai

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

- type et identification du produit soumis à l'essai;
- référence à la présente Norme internationale;
- méthode utilisée (carbone/hydrogène ou nitration);
- 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.

Tableau — Programme de chauffage pour la méthode carbone/hydrogène

Temps min	Éléments de chauffage utilisés		
	pour l'acide benzoïque	pour le naphthalène	pour la prise d'essai
1	1 à 3	1 à 5	1 à 4
2	3 à 5	2 à 7	3 à 6
3	5 à 7	3 à 9	5 à 8
4	7 à 9	5 à 10	7 à 10
5	9 à 11	6 à 11	9 à 12
6	10 à 12	7 à 12	10 à 13
7	10 à 13	8 à 13	10 à 14
8	11 à 14	9 à 14	10 à 15
9	12 à 15	10 à 15	10, 12 à 16
10	12 à 16	10 à 15	11, 13 à 17
11	13 à 16	10, 12 à 16	11, 14 à 18
12	13 à 16	10, 12 à 16	12, 14 à 18
13	14 à 17	10, 12 à 16	12, 14 à 18
14	14 à 17	11, 13 à 17	12, 14 à 18
15	15 à 18	11, 13 à 17	13, 15 à 18
16	16 à 19	11, 13 à 17	13, 15 à 19
17	16 à 19	12, 14 à 18	14, 16 à 19
18	17 à 20	12, 14 à 18	14, 16 à 20
19	18 à 21	13, 15 à 19	15, 17 à 21
20	19 à 22	14, 16 à 20	15, 17 à 21
21	20 à 23	15, 17 à 21	14, 15, 18, 20 à 22
22	21 à 24	16, 18 à 22	15, 16, 19, 21 à 23
23	17, 18, 23 à 25	17, 19 à 23	16, 17, 20, 22 à 24
24	18, 19, 24 à 26	18, 20 à 24	17, 18, 21, 23 à 25
25	19, 20, 25 à 27	19, 21 à 25	18, 19, 22, 24 à 26
26	20, 21, 26 à 28	20, 22 à 26	19, 20, 23, 25 à 27
27	21, 22, 27, 28	21, 23 à 27	20, 21, 24, 26 à 28
28	23, 24, 28, 29	23, 25 à 29	21, 22, 27 à 30
29	24, 25, 28 à 30	24, 26 à 30	22, 23, 27 à 30
30	25, 26, 28 à 30	24, 26 à 30	24, 25, 27 à 30



- | | |
|------------------------------|----------------------------|
| A Flacons détenteurs | E Tube purificateur |
| B Tubes de garde | F Four |
| C Robinets à pointeau | G Tube à combustion |
| D Rotamètres | H Tubes absorbeurs |

Figure 1 – Schéma de l'appareil à combustion pour la méthode carbone/hydrogène