

---

# Norme internationale



# 6235

---

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

---

## Caoutchouc brut — Détermination de la teneur en polystyrène séquencé — Méthode de l'ozonolyse

*Rubber, raw — Determination of block polystyrene content — Ozonolysis method*

Première édition — 1982-02-01

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

ISO 6235:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d07bd/iso-6235-1982>

---

CDU 678.062 : 543.8 : 678.746.222

Réf. n° : ISO 6235-1982 (F)

Descripteurs : caoutchouc, matière première, caoutchouc butadiène-styrène, analyse chimique, dosage, polystyrène.

Prix basé sur 3 pages

## 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 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 6235 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, a été soumise aux comités membres en juillet 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6235:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d0114/iso-6235-1982)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d0114/iso-6235-1982)

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Sri Lanka
Allemagne, R. F.	Inde	Suède
Belgique	Indonésie	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Chine	Mexique	Thaïlande
Danemark	Pays-Bas	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	URSS
Espagne	Roumanie	USA
Grèce	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

France

# Caoutchouc brut — Détermination de la teneur en polystyrène séquencé — Méthode de l'ozonolyse

**AVERTISSEMENT** — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être prises lorsque l'on met en œuvre le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en polystyrène séquencé des caoutchoucs de butadiène-styrène (SBR) et des mélanges bruts de SBR séquencés avec d'autres caoutchoucs. Elle ne s'applique pas aux mélanges de SBR séquencés avec les EPDM, IIR, CSM et d'autres caoutchoucs halogénés.

La méthode s'applique aux latex bruts de même composition que celles indiquées ci-dessus et convient pour des polymères séquencés contenant de 5 à 100 % (*m/m*) de polystyrène. Les caoutchoucs à moins de 5 % (*m/m*) de polystyrène peuvent donner des résultats erronés sauf si un facteur de correction, basé sur les indications obtenues en travaillant avec de tels caoutchoucs, est appliqué.

La méthode est destinée à être utilisée sur des caoutchoucs sans gel, mais elle peut l'être sur des caoutchoucs avec gel s'il a été prouvé que le gel n'a pas d'effet sur les résultats obtenus.

## 2 Références

ISO 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants.*

ISO 4655, *Caoutchouc — Latex de styrène-butadiène renforcé — Détermination de la teneur totale en styrène lié.*

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

## 3 Principe

Rupture des liaisons éthyléniques contenues dans les caoutchoucs, en dissolvant le caoutchouc dans le dichlorométhane, en ajoutant de l'ozone et en décomposant les ozonides avec une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 4 Réactions

Les réactions sur lesquelles la méthode est basée sont les suivantes.

**4.1** Les longs blocs de polystyrène saturés ne sont pas attaqués par l'ozone, alors que les petits fragments, formés par ozonolyse (aldéhydes et acides carboxyliques), et les fragments de polystyrène de basse masse moléculaire relative provenant de la scission dans les blocs de copolymère statistiques sont solubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

**4.2** Les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative sont insolubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

**4.3** Il est possible de séparer les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative, qui constituent les blocs d'homopolymère, des autres produits solubles avec une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 5 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 5.1 Dichlorométhane.

Il est essentiel que ce réactif ne contienne aucune impureté capable de réagir avec l'ozone en formant un mélange explosif.

### 5.2 Méthanol.

**5.3** Iodure de potassium, solution à 3 % (*m/m*).

**5.4** Acide sulfurique, concentré ( $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ ).

**5.5 Éthanol-toluène, mélange azéotropique (ETA).**

Mélanger 7 volumes d'éthanol absolu avec 3 volumes de toluène. Successivement, mélanger 7 volumes d'éthanol commercialisé avec 3 volumes de toluène et porter le mélange à ébullition avec de l'oxyde de calcium anhydre sous reflux pendant 4 h. Distiller le mélange azéotropique et retirer la fraction ayant une gamme d'ébullition inférieure à 1 °C afin de l'utiliser pour l'essai.

**5.6 Propanol-2.**

**6 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Creusets de Gooch**, en verre fritté, de porosité fine et de capacité 20 à 25 cm<sup>3</sup>, conformes aux spécifications de l'ISO 4793.

**6.2 Flacon de Drechsel (lavage des gaz).**

**6.3 Générateur d'ozone**, capable de libérer environ 2 % (V/V) d'ozone.

(La concentration réelle d'ozone dépend du type de générateur utilisé.)

Placer le générateur d'ozone dans une sorbonne afin de réduire au minimum les dangers dus à l'ozone.

**6.4 Agitateur magnétique.**

**6.5 Condenseur d'air** (en option).

**7 Préparation de l'échantillon**

**7.1** Si l'échantillon est un latex, préparer un film sec comme spécifié dans l'ISO 4655, paragraphe 4.4.<sup>1)</sup> et utiliser une partie de ce film comme prise d'essai.

**7.2** Pour les caoutchoucs solides étendus aux huiles, extraire avec l'ETA (5.5) à l'aide de l'appareil spécifié dans l'ISO 1407, sécher et utiliser une partie du produit ainsi obtenu comme prise d'essai.

**7.3** Dans tous les cas, utiliser des échantillons pour essai non homogénéisés, pris au hasard. **Ne pas passer les échantillons pour essai au mélangeur avant analyse.**

**8 Mode opératoire**

**8.1** Couper l'échantillon pour essai en petits morceaux et en peser 0,5 à 1,0 g, à 0,1 mg près. La quantité de prise d'essai doit être choisie en fonction de la teneur en polystyrène supposée.

**8.2** Placer la prise d'essai dans le flacon de Drechsel (6.2) et ajouter 50 cm<sup>3</sup> du dichlorométhane (5.1).

**8.2.1** Dissoudre la prise d'essai à environ 25 °C, en remuant de temps en temps, et raccorder l'arrivée du flacon de Drechsel au générateur d'ozone, qui est relié au réservoir d'oxygène. Raccorder la sortie du flacon de Drechsel à l'arrivée d'un autre flacon de Drechsel, qui contient 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'iodure de potassium (5.3).

**AVERTISSEMENT** — L'ozone réagit avec les composés insaturés pour donner des ozonides. Ceux-ci sont stables en solution diluée et ces solutions ne sont pas dangereuses. Toutefois, à l'état sec, les ozonides se décomposent rapidement et, dans certains cas, peuvent exploser. Les solutions concentrées d'ozonides sont aussi explosives.

Il est donc nécessaire, lorsque l'on effectue l'analyse, d'éviter de diminuer le volume de solvant dans le récipient où se produit la réaction. Si le niveau du solvant baisse, il faut immédiatement arrêter le courant d'ozone et ajouter prudemment du solvant neuf jusqu'à l'obtention du niveau initial.

L'inobservation de ces instructions dans l'emploi de l'ozone peut entraîner des conditions explosives.

**8.2.2** Faire passer un courant d'environ 100 cm<sup>3</sup> d'oxygène, contenant environ 2 % (V/V) d'ozone, dans les flacons de Drechsel. Arrêter le courant de gaz 15 min après l'apparition d'une teinte jaune, due à l'iode libéré de l'iodure de potassium.

**NOTE** — Une réaction prolongée avec l'ozone pourrait provoquer le clivage des chaînes saturées de carbone et, par conséquent, une observance stricte du temps de réaction avec l'ozone, comme indiqué dans la présente Norme internationale, est donc obligatoire. Le sulfure de di-*n*-butyl qui réagit avec l'ozone excédentaire ainsi que la température de -25 °C pour l'ozonolyse ont été utilisés afin de réduire le clivage des chaînes saturées de carbone. (Voir *Journal of Polymer Science* 1956, Volume 22, pp. 213-216 par D. Barnard.)

1) Paragraphe 4.4 de l'ISO 4655 :

Diluer 5 g de latex dans 2 à 3 cm<sup>3</sup> d'eau. À l'aide d'une pipette, ajouter sous forte agitation le latex dilué, dans 100 cm<sup>3</sup> du propanol-2 (5.6) 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 toute la nuit dans l'eau froide, puis rincer soigneusement avec du propanol-2, déchiqeter et sécher sous vide à environ 50 °C.

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

**8.2.3** Débrancher le flacon de Drechsel contenant la solution de dichlorométhane, du générateur d'ozone et du flacon de Drechsel contenant la solution d'iodure de potassium.

**8.2.4** Verser la solution de dichlorométhane, lentement et en agitant constamment, dans un bécher de 600 cm<sup>3</sup> contenant 350 cm<sup>3</sup> du méthanol (5.2) dans lequel ont été ajoutées cinq gouttes de l'acide sulfurique concentré (5.4). Laver le flacon de Drechsel avec quelques centimètres cubes du dichlorométhane et verser le liquide de lavage dans le bécher.

**8.2.4.1** Dans la plupart des cas, le polystyrène insoluble se dépose au fond du bécher pendant la nuit.

**8.2.4.2** Dans certains cas, le polystyrène insoluble ne se dépose pas facilement. Lorsque cela arrive, agiter la solution pendant la nuit au moyen d'un agitateur magnétique. Verser la solution dans une fiole munie d'un condenseur d'air afin de s'assurer que le dichlorométhane ne s'évapore pas excessivement.

**8.2.4.3** Si le polystyrène insoluble ne se dépose pas au fond du bécher après 24 h, la solution peut être centrifugée après avoir été transvasée dans un conteneur approprié.

**8.3** Transvaser tout le polystyrène précipité dans un creuset de Gooch taré (6.1), à l'aide d'un «gendarme» en caoutchouc. Laver abondamment le précipité avec du méthanol (5.2) pour éliminer le dichlorométhane, puis avec 100 cm<sup>3</sup> d'eau chaude pour éliminer les tensioactifs et les électrolytes, et finalement de nouveau avec du méthanol.

**8.4** Sécher le précipité pendant 2 h à 100 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter les opérations de séchage et de pesage jusqu'à masse constante.

**8.5** Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon pour essai. Le résultat de l'essai est la moyenne des deux déterminations.

## 9 Expression des résultats

Calculer la teneur en polystyrène séquencé,  $c_b$ , exprimée en pourcentage en masse, à 0,2 % près, par la formule

$$c_b = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset de Gooch et du précipité de polystyrène séquencé;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset de Gooch.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon;
- résultats obtenus lors de chaque détermination;
- moyenne des résultats obtenus lors des deux déterminations sur chaque échantillon pour essai;
- date de l'essai.

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

ISO 6235:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d07bd/iso-6235-1982>

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

ISO 6235:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d07bd/iso-6235-1982>

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

ISO 6235:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/354533aa-6129-4955-9411-681e1c1d07bd/iso-6235-1982>