
Norme internationale



7781

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

Caoutchouc butadiène-styrène brut — Détermination de la teneur en savons et acides organiques

Rubber, raw styrene-butadiene — Soap and organic acid content — Determination

Première édition — 1986-10-15

CDU 678.746.22-136.22 : 543.85

Réf. n° : ISO 7781-1986 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc butadiène-styrène, analyse chimique, dosage, savon, acide organique.

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 7781 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Elle annule et remplace les Normes internationales ISO 2002-1975 et ISO 2003-1975, dont elle constitue 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 butadiène-styrène brut — Détermination de la teneur en savons et acides organiques

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des savons et des acides organiques contenus dans le butadiène-styrène (SBR) brut. La méthode dépend de l'extraction des acides organiques et des savons du caoutchouc au moyen d'un solvant. C'est pourquoi, en pratique, il est préférable de doser à la fois les acides organiques et les savons sur des fractions différentes du même extrait. Étant donné que les acides organiques et les savons contenus dans le caoutchouc ne sont pas des composés chimiques simples, la méthode ne donne qu'une indication approximative de la teneur en savon et acide organique.

La méthode est applicable à tous les types de butadiène-styrène, mais de légères modifications sont nécessaires pour les caoutchoucs étendus d'huile.

2 Références

ISO 248, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 385/1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai de quantité connue de caoutchouc, sous forme de minces bandes, par un azéotrope éthanol-toluène ou un mélange eau-éthanol-toluène. Après ajustement au volume étalon, prélèvement d'une quantité connue de l'extrait et titrage avec un acide titré pour la détermination du savon et avec un alcali titré pour la détermination de l'acide organique. Avec les caoutchoucs étendus d'huile, il peut être nécessaire d'utiliser une deuxième partie aliquote de l'extrait dilué, à titre de contrôle, afin de pouvoir déterminer le changement de coloration en fin de dosage.

4 Réactifs

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

Prendre toutes précautions nécessaires concernant l'hygiène et la sécurité lors de la réalisation des essais décrits dans la présente Norme internationale.

4.1 Azéotrope éthanol-toluène (ETA).

Mélanger 7 volumes d'éthanol à 3 volumes de toluène. Il est également possible de mélanger 7 volumes d'éthanol d'une qualité commerciale à 3 volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition en présence d'oxyde de calcium anhydre (chaux vive) sous reflux durant 4 h.

4.2 Mélange eau-éthanol-toluène.

Mélanger 95 cm³* d'ETA (4.1) à 5 cm³ d'eau.

4.3 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, étalonnée avec précision.

4.4 Pourpre de métracrésol, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,1 g de pourpre de métracrésol dans 100 cm³ d'éthanol ou d'eau et neutraliser la solution par addition de 2,6 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3).

4.5 Bleu de thymol, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,06 g de bleu de thymol dans 6,45 cm³ de solution d'hydroxyde de sodium à 0,02 mol/dm³ et diluer à 50 cm³ avec de l'eau.

4.6 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, étalonnée avec précision.

* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm³), 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.

5 Appareillage

5.1 Balance, précise à $\pm 0,1$ mg.

5.2 Plaque chauffante.

5.3 Fiole conique à col large, d'une capacité nominale de 400 à 500 cm³.

5.4 Fiole jaugée à un trait, de capacité 250 cm³, conforme aux spécifications de l'ISO 1042.

5.5 Réfrigérant à reflux.

5.6 Fiole conique, de capacité 250 cm³.

NOTE — L'usage d'un tube extracteur de Soxhlet est permis, au lieu de 5.5 et 5.6.

5.7 Burette, de capacité 25 cm³, conforme aux spécifications de l'ISO 385/1.

5.8 Pipette, de capacité 100 cm³, conforme aux spécifications de l'ISO 648.

5.9 Titreur automatique (facultatif), uniquement si un indicateur est utilisé.

6 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en savon

Prélever 6 g environ de caoutchouc, séché conformément à l'ISO 248, provenant d'une feuille tirée sur un mélangeur de laboratoire avec un écartement maximal des cylindres de 0,25 mm et une température des cylindres de 95 °C environ. Après refroidissement, découper le caoutchouc en bandes d'environ 10 mm de largeur et 50 mm de longueur, que l'on pèse ensuite à 0,01 g près.

Placer un papier filtre circulaire au fond de la fiole conique (5.3) et ajouter 100 cm³ du solvant extracteur ETA (4.1) pour tous les caoutchoucs à l'exception des caoutchoucs coagulés à alun. Pour ces derniers, utiliser le mélange eau-éthanol-toluène (4.2).

Introduire les bandes de caoutchouc une à une dans la fiole conique en tourbillonnant après chaque addition de façon que les bandes soient complètement mouillées par le solvant et qu'elles ne collent pas les unes aux autres.

Adapter le réfrigérant à reflux (5.5) à la fiole (ou poser sur l'ouverture de la fiole un autre système réfrigérant comme, par exemple, une capsule à évaporation contenant de l'eau froide) et porter le solvant à une très douce ébullition sous reflux et l'y maintenir durant 1 h.

Transvaser l'extrait ainsi obtenu dans la fiole jaugée (5.4) et traiter le caoutchouc une seconde fois avec 100 cm³ de solvant extracteur sous reflux durant 1 h. Transvaser également cet extrait dans la fiole jaugée. Rincer ensuite les bandes de caoutchouc trois fois successivement avec 10 cm³ de solvant extrac-

teur et ajouter ces solutions de lavage dans la fiole jaugée. Après refroidissement à la température ambiante, ajouter le volume final à 250 cm³ avec du solvant.

NOTE — On peut également envelopper les bandes d'échantillon pesées dans du papier filtre, les mettre dans un tube extracteur de Soxhlet (voir la note à 5.6) et extraire à l'EDTA (4.1) ou au mélange eau-éthanol-toluène (4.2) sous reflux durant 4 h au minimum.

Après homogénéisation complète, introduire, à l'aide de la pipette (5.8), 100 cm³ de l'extrait dilué dans la fiole conique (5.6); ajouter 6 gouttes d'indicateur au pourpre de métacrésol (4.4) pour tous les caoutchoucs à l'exception des caoutchoucs coagulés à alun. Pour ces derniers, utiliser l'indicateur au bleu de thymol (4.5).

Titrer la solution avec la solution d'acide chlorhydrique (4.6) jusqu'au premier virage. Si la solution est foncée à tel point qu'il est difficile d'apprécier le changement de coloration à la fin du titrage (comme cela peut se produire avec les caoutchoucs étendus d'huile), transvaser à nouveau, à l'aide de la pipette, 100 cm³ dans une fiole conique identique, ajouter 6 gouttes d'indicateur et utiliser cette solution comme couleur de référence. Par comparaison, le léger changement de coloration à la fin du titrage de la solution d'essai peut être plus facilement observé. La détermination du changement de coloration à la fin du titrage peut être très difficile dans le cas de SBR étendu d'huile. Dans ce cas, la détermination du point d'équivalence par potentiométrie est plus précise et est donc recommandée.

Effectuer un titrage à blanc sur 100 cm³ de solvant extracteur provenant de la même source que celui utilisé pour l'essai et en utilisant le même indicateur que celui utilisé pour le titrage de la prise d'essai.

Procéder selon 8.1 pour calculer la teneur en savon.

7 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en acide organique

Procéder exactement comme indiqué dans le chapitre 6 pour déterminer la teneur en savon, mais en titrant la partie aliquote avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), en utilisant un indicateur, par exemple la phénolphthaléine.

Procéder selon 8.2 pour calculer la teneur en acide organique.

8 Expression des résultats

8.1 Calculer la teneur en savon à l'aide de l'équation

$$w_s = \frac{2,5 \times (V_1 - V_2) \times c_1 \times K_s}{m}$$

où

w_s est la teneur en savon, exprimée en pourcentage en masse;

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour le titrage de l'extrait de caoutchouc;

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide chlorhydrique utilisé pour le titrage de la solution à blanc;

c_1 est la concentration réelle, en moles par décimètre cube, de la solution d'acide chlorhydrique (4.6);

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

K_s est le facteur approprié choisi parmi les suivants :

3,06 pour exprimer le savon en stéarate de sodium,

3,68 pour exprimer le savon en résinate de sodium,

3,37 pour exprimer le savon comme mélange 50:50 de stéarate de sodium et de résinate de sodium,

3,22 pour exprimer le savon en stéarate de potassium,

3,84 pour exprimer le savon en résinate de potassium,

3,53 pour exprimer le savon comme mélange 50:50 de stéarate de potassium et de résinate de potassium,

3,45 pour exprimer le savon comme mélange 50:50 de stéarate de sodium et de résinate de potassium ou comme mélange 50:50 de résinate de sodium et de stéarate de potassium.

NOTE — Étant donné que les savons contenus dans le caoutchouc ne sont pas des composés chimiques simples, la valeur attribuée à K_s ne donne qu'une indication approximative de la teneur en savon. Un essai pour vérifier l'apparition de résine est donné en annexe.

8.2 Calculer la teneur en acide organique à l'aide de l'équation

$$w_o = \frac{25 \times (V_3 - V_4) \times c_2 \times K_o}{m}$$

où

w_o est la teneur en acide organique, exprimée en pourcentage en masse;

V_3 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage de l'extrait de caoutchouc;

V_4 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage de la solution à blanc;

c_2 est la concentration réelle, en moles par décimètre cube, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.3);

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

K_o est le facteur approprié choisi parmi les suivants :

2,84 pour exprimer l'acide en acide stéarique,

3,46 pour exprimer l'acide en acide résinique,

3,15 pour exprimer l'acide comme mélange 50:50 d'acide stéarique et d'acide résinique.

NOTE — Étant donné que les acides organiques contenus dans le caoutchouc ne sont pas des composés chimiques simples, la valeur attribuée à K_o ne donne qu'une indication approximative de la teneur en acide organique. Un essai pour vérifier l'apparition de résine est donné en annexe.

9 Procès-verbal d'essai

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence à la présente Norme internationale;
- teneur en savon et/ou en acide organique;
- comment a été exprimé le savon et/ou l'acide organique — en tant qu'acide stéarique, mélange de stéarate de sodium et de résinate de potassium, etc.;
- date de l'essai.