
NORME INTERNATIONALE 2008

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

Latex de butadiène-styrène — Dosage des composés non saturés volatils et du styrène résiduel

Première édition — 1972-08-01

CDU 678.031 : 678.76 : 543.86

Réf. N° : ISO 2008-1972 (F)

Descripteurs : latex, résine de butadiène-styrène, analyse chimique, dosage, styrène, composé organique non saturé.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2008 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*.

Elle fut approuvée en octobre 1970 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Suède
Allemagne	Grèce	Suisse
Australie	Hongrie	Thaïlande
Autriche	Inde	Turquie
Canada	Israël	U.R.S.S.
Ceylan	Italie	U.S.A.
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
Espagne	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Latex de butadiène-styrène — Dosage des composés non saturés volatils et du styrène résiduel

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe une méthode de dosage des composés non-saturés volatils, et une méthode de dosage du styrène résiduel, dans les latex d'élastomère de butadiène-styrène.

La méthode de dosage des non-saturés volatils permet de déterminer, en plus du styrène résiduel, d'autres non-saturés tels que le butadiène dimère. La seconde méthode ne permet de doser que le styrène résiduel, et peut ne pas être valable, si le spectre n'est pas conforme à celui de la solution de styrène de même concentration, pour les longueurs d'ondes de 220 à 300 nm.

2 PRINCIPE

Le latex est distillé avec du méthanol et le distillat est recueilli.

Pour déterminer la teneur en composés non-saturés volatils, une solution de bromure-bromate de potassium est ajoutée au distillat et, après addition d'une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré est titré avec du thiosulfate de sodium.

Pour déterminer la teneur en styrène résiduel, la spectrophotométrie ultra-violette est utilisée pour obtenir la teneur en styrène du distillat.

3 MÉTHODE DE DOSAGE DES NON-SATURÉS VOLATILS

3.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyse, et de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté équivalente, doit être utilisée chaque fois que l'emploi d'eau est indiqué.

3.1.1 Réactif méthanol. Méthanol, contenant 100 ppm de paratertio-butyl catéchol ou un inhibiteur de polymérisation équivalent.

3.1.2 Bromure-bromate de potassium, solution étalon 0,1 N.

Dissoudre 2,784 g de bromate de potassium (KBrO_3) et 10,0 g de bromure de potassium (KBr) dans l'eau, et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée à un trait.

3.1.3 Acide sulfurique, solution à 18 % (m/m).

3.1.4 Iodure de potassium, solution à 10 % (m/m).

3.1.5 Thiosulfate de sodium, solution 0,1 N.

3.1.6 Indicateur. Solution d'amidon ou équivalent.

3.2 Appareillage

3.2.1 Appareil à distiller de Dean et Stark, avec un ballon de distillation d'une contenance de 500 ml et un ballon receveur de 25 ml, ou un appareil à distiller équivalent, muni de joints rodés.

3.2.2 Flacon coloré, de 250 ml.

3.3 Mode opératoire

Peser $25,0 \pm 0,2$ g de latex dans le ballon à distiller, ajouter 25 ml d'eau et 25 ml de réactif méthanol (3.1.1). Distiller le mélange en réglant la vitesse d'ébullition de manière à contrôler la mousse formée, et collecter les premiers 25 ml de distillat dans le flacon récepteur.

Transférer le distillat dans le flacon coloré (3.2.2) et rincer le condenseur et le flacon récepteur avec 20 ml de réactif méthanol (3.1.1) que l'on transvasera dans le flacon coloré. Si on le désire, on peut recueillir le distillat dans le flacon coloré.

D'une burette, ajouter 20 ml de solution de bromure-bromate de potassium (3.1.2) et refroidir la solution à 30 °C.

Ajouter rapidement 15 ml d'acide sulfurique (3.1.3). Boucher le flacon, l'agiter et verser de l'eau dans l'évasement du col pour le rendre hermétique. Si, après 60 s de repos, aucune couleur jaune ne persiste, ajouter successivement 10 ml de solution de bromure-bromate de potassium (3.1.2) jusqu'à obtention d'une légère couleur jaune persistant 60 s après l'addition. Pour ces additions, laisser couler la solution de la burette dans le col du flacon en soulevant le bouchon, de façon que la solution pénètre dans le flacon par écoulement autour du bouchon. Laver les bords du flacon avec de l'eau, de la même manière que précédemment, et obturer hermétiquement avec de l'eau.

Après l'addition finale de la solution de bromure-bromate de potassium (3.1.2), ajouter 10 ml de la solution de iodure de potassium (3.1.4) sur les bords du flacon, et soulever le bouchon pour permettre à la solution de pénétrer dans le flacon par écoulement autour du bouchon.

Agiter le flacon et son contenu, et titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (3.1.5), jusqu'à l'apparition d'une légère teinte jaune. Ajouter 1 ml de la solution d'amidon (3.1.6) et continuer ce titrage avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à ce que la solution soit incolore.

Effectuer une détermination à blanc, en répétant tout le mode opératoire, 25 ml d'eau étant utilisés à la place du latex.

3.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en non-saturés volatils, à l'aide de la formule suivante :

$$\begin{aligned} &\text{Composés insaturés volatils, \% (m/m) du latex} \\ &= 0,208 \times N (V_1 - V) \end{aligned}$$

où

N est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage à blanc;

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage de l'échantillon.

4 MÉTHODE DE DOSAGE DU STYRÈNE RÉSIDUEL

4.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être rigoureusement purs pour analyse, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée chaque fois que l'emploi d'eau est indiqué.

4.1.1 Réactif méthanol. Méthanol contenant 100 ppm de paratertio-butyl catéchol ou un inhibiteur de polymérisation équivalent.

4.1.2 Méthanol.

4.1.3 Styrène.

4.2 Appareillage

4.2.1 Spectrophotomètre ultra-violet.

4.2.2 Appareil à distiller Dean et Stark, avec un ballon de distillation d'une contenance de 500 ml et un flacon receveur de 25 ml.

4.3 Mode opératoire

Peser $10,0 \pm 0,1$ g de latex dans le ballon à distiller, et ajouter 100 ml d'eau et 30 ml de réactif méthanol (4.1.1). Distiller le mélange en ajustant la vitesse d'ébullition, de manière à contrôler la mousse formée, et recueillir les premiers 25 ml de distillat dans le flacon récepteur.

Transvaser le distillat dans une fiole jaugée à un trait, rincer le flacon receveur avec du méthanol (4.1.2), verser le méthanol dans la fiole jaugée, compléter le volume, boucher et agiter énergiquement. La capacité du flacon doit être choisie de manière que la densité optique de la solution qu'il contient, déterminée comme indiqué dans l'alinéa suivant, se trouve à l'intérieur des limites d'erreur photométrique minimale. Ces limites dépendent en particulier du spectrophotomètre, et sont approximativement 0,2 et 0,7.

Mesurer la densité optique de la solution, en utilisant des cellules en silice de 10 mm dans un spectrophotomètre ultra-violet (4.2.1) (la cellule de référence contenant du méthanol), au point maximum d'absorption dans la plage de longueur d'onde de 282 ± 3 nm.

4.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en styrène résiduel, à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Styrène résiduel, \% (m/m) de latex} = \frac{A}{K} \times \frac{V_0}{100}$$

où

A est la densité optique au point maximum d'absorption pour une longueur d'onde de 282 ± 3 nm;

K est le coefficient d'extinction spécifique, déterminé comme indiqué au paragraphe 4.5;

V_0 est le volume, en millilitres, du flacon gradué.

4.5 Détermination de K

Peser, à 1 mg près, environ 500 mg de styrène fraîchement distillé, et diluer à 500 ml avec du méthanol, dans une fiole jaugée à un trait. Prélever, à l'aide d'une pipette, 3 ml de la solution et diluer à 100 ml avec du méthanol, dans une fiole jaugée à un trait (solution A). Préparer de la même manière les solutions B et C contenant respectivement 5 ml et 8 ml pour 100 ml de la première solution.

Mesurer les densités optiques des solutions A, B et C, en utilisant des cellules en silice de 10 mm dans un spectrophotomètre ultra-violet (la cellule de référence contenant du méthanol), au point maximum de l'absorption à l'intérieur de la plage de longueur d'onde de 282 ± 3 nm.

Calculer K pour les solutions A, B et C, comme suit :

$$\text{solution A} \quad K = 16,7 A/m$$

$$\text{solution B} \quad K = 10 A/m$$

$$\text{solution C} \quad K = 6,25 A/m$$

où

A est la densité optique au point d'absorption maximum pour une longueur d'onde de 283 ± 3 nm;

m est la masse, en grammes, du styrène prélevé.

Les trois résultats de K ne doivent pas présenter un écart supérieur à 0,2, et la moyenne des trois résultats peut être prise comme coefficient d'extinction spécifique.

5 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) la référence à la présente Norme Internationale;

b) toutes précisions requises pour l'identification complète de l'échantillon;

c) les résultats et la forme sous laquelle ils sont exprimés;

d) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

e) toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou toutes opérations facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2008:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/165dfb23-263c-4605-8aef-cfbca264c90e/iso-2008-1972>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2008:1972

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/165dfb23-263c-4605-8aef-cfbca264c90e/iso-2008-1972>