
**Caoutchouc synthétique brut —
Détermination des agents de protection
par chromatographie en phase liquide
à haute performance**

*Rubber, raw synthetic — Determination of anti-degradants by
high-performance liquid chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>



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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11089 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11089:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Caoutchouc synthétique brut — Détermination des agents de protection par chromatographie en phase liquide à haute performance

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir les règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance pour la détermination des agents de protection suivants dans les caoutchoucs synthétiques bruts:

N-alkyl-*N'*-phényl-*p*-phénylènediamine;
N-aryl-*N'*-aryl-*p*-phénylènediamine;
N-phényl- β -naphtylamine;
poly-2,2,4-triméthyl-1,2-dihydroquinoléine.

Les huiles de dilution éventuellement présentes peuvent affecter les résultats.

La méthode, modifiée si nécessaire, peut s'appliquer à la détermination d'autres agents de protection de type amine.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bb1f6/iso-11089-1997>

NOTE — L'essai de la méthode a été satisfaisant sur CR, NBR et SBR.

2 Principe

Après extraction quantitative à partir du caoutchouc, l'agent de protection est séparé par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) des autres constituants extraits, les pics de ses constituants étant localisés et leurs surfaces mesurées. Sa concentration dans le caoutchouc est calculée en comparant avec les aires des pics des constituants de l'agent de protection d'un volume connu du même agent analysé dans les mêmes conditions d'analyse.

NOTE — Certains agents de protection contiennent plusieurs pics de constituants et le rapport des aires des pics individuels des constituants peut varier en fonction de la source de l'agent de protection. La méthode prescrite donnera des résultats exacts à condition que l'agent de protection de référence et celui à analyser contiennent le même nombre de pics de constituants avec les mêmes rapports d'aires. Des résultats inexacts sont obtenus lorsque cette condition n'est pas satisfaite, l'étendue de l'erreur dépendant de la différence de composition entre les agents de protection de référence et échantillon.

3 Produits chimiques

3.1 Éluant A: mélange à 1:1 (V/V) de méthanol (qualité HPLC) et de solution aqueuse d'acétate d'ammonium (qualité analytique reconnue) à 0,01 mol/dm³.

3.2 Éluant B: méthanol (qualité HPLC).

3.3 Solvant d'extraction: mélange à 2:1 (V/V) d'alcool isopropylique (qualité HPLC) et de dichlorométhane (qualité HPLC).

4 Appareillage

4.1 Appareil HPLC, équipé d'un dispositif d'élution par gradient, d'un injecteur à boucle fixe de 10 mm³, d'un détecteur de longueur d'onde variable de l'ultraviolet au visible (UV-VIS) et d'un système intégrateur-enregistreur.

4.2 Colonne HPLC, à phase inversée.

NOTE — Différentes colonnes peuvent être utilisées à condition d'obtenir une bonne séparation entre les pics des constituants de l'agent de protection et des autres constituants extraits. La méthode a été essayée en utilisant des colonnes HYPERSIL ODS et SPHERI 5 ODS¹⁾ à particules de 5 µm. Toutefois, il peut être nécessaire de modifier le programme d'élution lors de l'utilisation de colonnes différentes de celles décrites dans la présente Norme internationale.

4.3 Bain à ultrasons, type d'une capacité d'environ 2 dm³, fonctionnant à une fréquence de 47,6 kHz ± 10 %.

NOTE — Il est permis d'utiliser un bain à ultrasons de capacité et de fréquence de fonctionnement différentes à condition que l'extraction de l'agent de protection soit complète.

4.4 Balance analytique, à même de peser à 0,01 mg près.

5 Conditions chromatographiques

5.1 Pompe A: Éluant A (3.1).

5.2 Pompe B: Éluant B (3.2).

5.3 Débit: 0,25 cm³/min.

5.4 Température de la colonne: 40 °C.

5.5 Volume d'injection: 10 mm³ (10 µl)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11089:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>

5.6 Longueur d'onde du détecteur:

poly-2,2,4-triméthyl-1,2-dihydroquinoléine: 233 nm;

tous les autres agents de protection: 295 nm.

5.7 Longueur d'onde de référence: 550 nm.

5.8 Programme d'élution

Durée min	Éluant A %	Éluant B %
0	100	0
20	0	100
40	0	100
50	100	0
55	Fin	

1) HYPERSIL ODS et SPHERI 5 ODS sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'attention des utilisateurs de la présente Norme internationale et n'implique pas l'approbation de ces produits par l'ISO.

6 Mode opératoire

6.1 Passer un échantillon représentatif du caoutchouc à analyser dans une calandre de laboratoire pour obtenir des feuilles d'environ 0,25 mm à 0,5 mm d'épaisseur. Couper approximativement 1 g de ces feuilles en petits morceaux d'environ 5 mm x 5 mm. Effectuer deux fois les opérations prescrites en 6.2 à 6.10 sur des prises d'essai en double.

6.2 Peser, à 0,1 mg près, environ 200 mg des petits morceaux et placer chaque prise d'essai dans une fiole de 20 cm³.

6.3 À l'aide d'une pipette, ajouter exactement 10 cm³ de solvant d'extraction (3.3) et boucher la fiole.

6.4 Procéder à l'extraction dans le bain à ultrasons (4.3) pendant 3 h, à une température maximale de 30 °C.

NOTE — La fiole peut se briser si la température du bain dépasse 30 °C. Il peut donc être nécessaire d'ajouter périodiquement de l'eau froide au cours de l'extraction afin de maintenir le bain en dessous de 30 °C.

6.5 Peser, à 0,01 mg près, une quantité d'agent de protection de référence aussi proche que possible de la quantité d'agent de protection prévue dans la prise d'essai et la placer dans une fiole de 20 cm³.

6.6 À l'aide d'une pipette, ajouter exactement 10 cm³ de solvant d'extraction (3.3), boucher la fiole et dissoudre l'agent de protection de référence en utilisant, si nécessaire, le bain à ultrasons en dessous de 30 °C.

6.7 Injecter 10 mm³ de l'extrait d'échantillon de caoutchouc préparé en 6.4 dans la colonne HPLC (3.2) et éluer conformément au programme donné en 5.8.

6.8 Relever les aires des pics de l'agent de protection échantillon.

6.9 Injecter 10 mm³ de la solution d'agent de protection de référence préparée en 6.6 dans la colonne HPLC et éluer conformément au programme donné en 5.8.

6.10 Relever les aires des pics de l'agent de protection de référence.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

ISO 11089:1997

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sic/8f16d489-16db-4243-9d15-c34353bb11f6/iso-11089-1997>

7 Expression des résultats

Calculer la concentration de l'agent de protection dans l'échantillon, pour chacune des deux déterminations, à l'aide de l'équation suivante:

$$\% \text{ d'agent de protection} = \frac{m_s \times A_c}{m_c \times A_s} \times 100$$

où

m_s est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai de l'agent de protection de référence;

m_c est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai d'échantillon;

A_s est l'aire des pics de l'agent de protection de référence;

A_c est l'aire des pics de l'agent de protection échantillon.

Relever la moyenne des deux résultats.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) concentration, en pourcentage, de l'agent de protection dans l'échantillon;
- d) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11089:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11089:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f16df89-16db-4243-9d15-c34353bfb1f6/iso-11089-1997>

ICS 83.040.10

Descripteurs: caoutchouc, caoutchouc synthétique, caoutchouc brut, analyse chimique, dosage, antioxydant, chromatographie liquide haute performance.

Prix basé sur 4 pages
