

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7781

Deuxième édition
1996-11-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

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

ISO 7781:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d27c9e7f-6eb0-475d-afa4-6740f66e1a97/iso-7781-1996>



Numéro de référence
ISO 7781:1996(F)

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 7781:1986), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7781:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d27c9e7f-6eb0-475d-afa4-6740f66e1a97/iso-7781-1996>

© ISO 1996

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

Imprimé en Suisse

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

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 des 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 pour le 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 normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et préparation ultérieure.*

3 Principe

Une prise d'essai de quantité connue de caoutchouc, sous forme de minces bandes, est extraite par un azéotrope éthanol-toluène ou un mélange eau-éthanol-toluène. Après ajustement au volume étalon, une partie aliquote de l'extrait est prélevée et titrée 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.

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 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.

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

5 Appareillage

5.1 Balance, précise à 1 mg.

5.2 Plaque chauffante.

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

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

5.5 Réfrigérant à reflux.

5.6 Fiole conique, de capacité 250 cm³.

NOTE 1 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 prescriptions de l'ISO 385-1.

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

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

6 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en savon

Prélever 2 g à 6 g de caoutchouc, sélectionné et préparé conformément à l'ISO 1795. Découper en morceaux ne mesurant pas plus que 2 mm × 2 mm

ou en bandes ne mesurant pas plus que 10 mm de longueur et 5 mm de largeur. Peser une prise d'essai d'environ 2 g à 1 mg 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 extracteur 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 2 On peut également envelopper les bandes d'échantillon pesées dans du papier filtre, les mettre dans un tube extracteur de Soxhlet (voir note 1) et extraire à l'ETA (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 de la solution d'indicateur au bleu de thymol (4.4) et titrer la solution avec la solution d'acide chlorhydrique (4.5) 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 en utilisant le titreur automatique (5.9) 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 uti-

lisé pour l'essai et en utilisant le même indicateur que celui utilisé pour le titrage de la prise d'essai.

Procéder conformément à 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 l'article 6 pour déterminer la teneur en savon, mais en titrant la partie aliquote avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.3), en utilisant la solution d'indicateur au bleu de thymol (4.4).

Procéder conformément à 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

$$w_s = \frac{0,25 \times (V_1 - V_2) \times c_1 \times K_s}{m}$$

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 (4.5);

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

K_s est le facteur approprié choisi parmi les suivants:

306 pour exprimer le savon en stéarate de sodium,

368 pour exprimer le savon en résinate de sodium,

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

322 pour exprimer le savon en stéarate de potassium,

384 pour exprimer le savon en résinate de potassium,

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

345 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 3 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 dans l'annexe A.

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

$$w_o = \frac{0,25 \times (V_3 - V_4) \times c_2 \times K_o}{m}$$

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:

284 pour exprimer l'acide en acide stéarique,

346 pour exprimer l'acide en acide résinique,

315 pour exprimer l'acide comme mélange 50:50 d'acide stéarique et d'acide résinique.

NOTE 4 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 dans l'annexe A.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) référence à la présente Norme internationale;
- c) teneur en savon et/ou en acide organique;
- d) 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.;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 7781:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d27c9e7f-6eb0-475d-afa4-6740f66e1a97/iso-7781-1996>

Annexe A (informative)

Essai révélant la présence de résine

A.1 Réactifs

A.1.1 Anhydride acétique.

A.1.2 Acide sulfurique, solution.

Mélanger soigneusement 65 g d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/cm}^3$) à 35 g d'eau.

A.1.3 Permanganate de potassium, solution, $c(\text{KMnO}_4) = 0,000 2 \text{ mol/dm}^3$.

A.2 Mode opératoire

Mélanger une petite quantité de l'échantillon avec 3 cm³ environ d'anhydride acétique (A.1.1). Ajouter 2 gouttes de la solution d'acide sulfurique (A.1.2). En cas de présence de résine, une coloration violette fugitive apparaît, qui, au moment de son intensité maximale, est plus forte que la coloration de la solution de permanganate de potassium.

ISO 7781:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d27c9e7f-6eb0-475d-afa4-6740f66e1a97/iso-7781-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7781:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d27c9e7f-6eb0-475d-af4-6740f66e1a97/iso-7781-1996>

ICS 83.040.10

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

Prix basé sur 4 pages
