

NORME
INTERNATIONALE

ISO
976

Troisième édition
1996-06-15

**Caoutchouc et plastiques — Dispersions de
polymères et latex de caoutchouc —
Détermination du pH**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Rubber and plastics — Polymer dispersions and rubber latices —
Determination of pH*

ISO 976:1996

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996>



Numéro de référence
ISO 976:1996(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 976 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomère*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*, en étroite collaboration avec l'ISO/TC 61, *Plastiques*, et l'ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 976:1986) et la deuxième édition de l'ISO 1148 (ISO 1148:1980).

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

© 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 et plastiques — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc — Détermination du pH

ATTENTION — 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 la détermination du pH des dispersions de polymères et des latex de caoutchouc (naturels et synthétiques) à l'aide d'un pH-mètre équipé d'une électrode combinée de verre et de référence en argent.

La méthode convient également aux latex prévulcanisés et aux mélanges à base de dispersions de polymères ou de latex de caoutchouc, y compris les adhésifs.

NOTE 1 La précision de la méthode diminue lorsque le pH est supérieur à 11.

Il convient que les utilisateurs notent que la présente édition de l'ISO 976 ne représente pas uniquement une révision de l'édition précédente, mais aussi remplace l'ISO 1148:1980, *Plastiques — Dispersions aqueuses de polymères et copolymères — Détermination du pH*. La présente édition représente une version harmonisée des deux normes.

Un des principaux changements dans cette nouvelle édition de l'ISO 976 est l'utilisation d'une électrode combinée au lieu des électrodes séparées utilisées dans l'édition précédente, l'électrode combinée étant considérée comme supérieure aux électrodes séparées puisque ces dernières ont tendance à produire des dépôts de latex bloquant le contact électrolyte, affectant ainsi défavorablement la répétabilité. Bien que les électrodes jumelées d'un type plus ancien soient à même de donner des résultats précis, il convient de les remplacer progressivement en raison de ce problème de nettoyage et de la répétabilité.

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 123:1985, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*.

ISO 842:—¹), *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

3 Réactifs

Utiliser des solutions tampons de pH connu, que l'on peut trouver dans le commerce. À défaut de solutions tampons toutes prêtes du commerce, préparer les solutions (3.1, 3.2 et 3.3) en utilisant uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée exempte de dioxyde de carbone ou de l'eau de pureté équivalente (qualité 3 telle que définie dans l'ISO 3696:1987).

À publier. (Révision de l'ISO 842:1984)

3.1 Solution tampon, pH nominal 7.

Dissoudre 3,40 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) et 3,55 g d'hydrogénophosphate disodique (Na_2HPO_4) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm^3 dans une fiole jaugée.

Le pH de cette solution est de 6,87 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques.

3.2 Solution tampon, pH 4.

Dissoudre 10,21 g d'hydrogénophthalate de potassium ($\text{KOOCC}_6\text{H}_4\text{COOH}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm^3 dans une fiole jaugée.

Le pH de cette solution est de 4,00 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques.

3.3 Solution tampon, pH nominal 9.

Dissoudre 3,814 g de tétraborate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm^3 dans une fiole jaugée.

Le pH de cette solution est de 9,20 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques, muni d'absorbants de dioxyde de carbone (chaux sodée). Préparer une nouvelle solution chaque mois.

NOTE 2 Les solutions tampons alcalines sont instables; elles absorbent le dioxyde de carbone de l'air. Lorsqu'une solution tampon alcaline a été utilisée pour l'étalonnage, la justesse peut être vérifiée à l'aide d'une solution tampon de pH nominal 4.

3.4 Électrolyte de référence: solution de chlorure de potassium à 3 mol/dm³, saturée en chlorure d'argent.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 pH-mètre, ayant une impédance d'entrée de 10¹² Ω minimum, une résolution de 0,01 unité de pH et équipé de compensation de température.

4.2 Électrode combinée, où l'électrode de référence entoure l'électrode de verre de façon concentrique. L'électrolyte de référence (3.4) est maintenu électriquement en contact avec l'échantillon pour essai par un diaphragme chimiquement inerte, par exemple un manchon rétractable en polytétrafluoro-

éthylène ou en verre. Celui-ci est fourni avec l'électrode par le fabricant de l'électrode.

Une électrode combinée type est représentée à la figure 1.

L'électrode de verre choisie conformément aux recommandations de son fabricant doit pouvoir être utilisée dans le domaine de pH rencontré (0 à 14 pour les latex de polychloroprène).

NOTES

3 Le contact électrique entre l'électrolyte et l'échantillon pour essai est maintenu par l'intermédiaire d'un film mince d'électrolyte entre le manchon et l'électrode.

4 Les électrodes ont une fonction linéaire entre pH 0 et l'apparition de l'erreur d'alcalinité qui, en fonction de la concentration d'ion sodium, ne se manifeste, dans la plupart des cas, qu'au-dessus de pH 11.

5 Les électrodes combinées de ce genre sont largement répandues, mais dans le cas où l'on aurait des difficultés à les obtenir, contacter Mettler-Toledo à l'un de leurs bureaux dans le monde ou à l'adresse suivante:

Mettler-Toledo et Cie, 30 boulevard de Douaumont, 75017 Paris, France; téléphone +33 1 47 37 06 00, télécopie +33 1 47 46 26.

4.3 Agitateur et barreau magnétiques.

4.4 Support d'électrode.

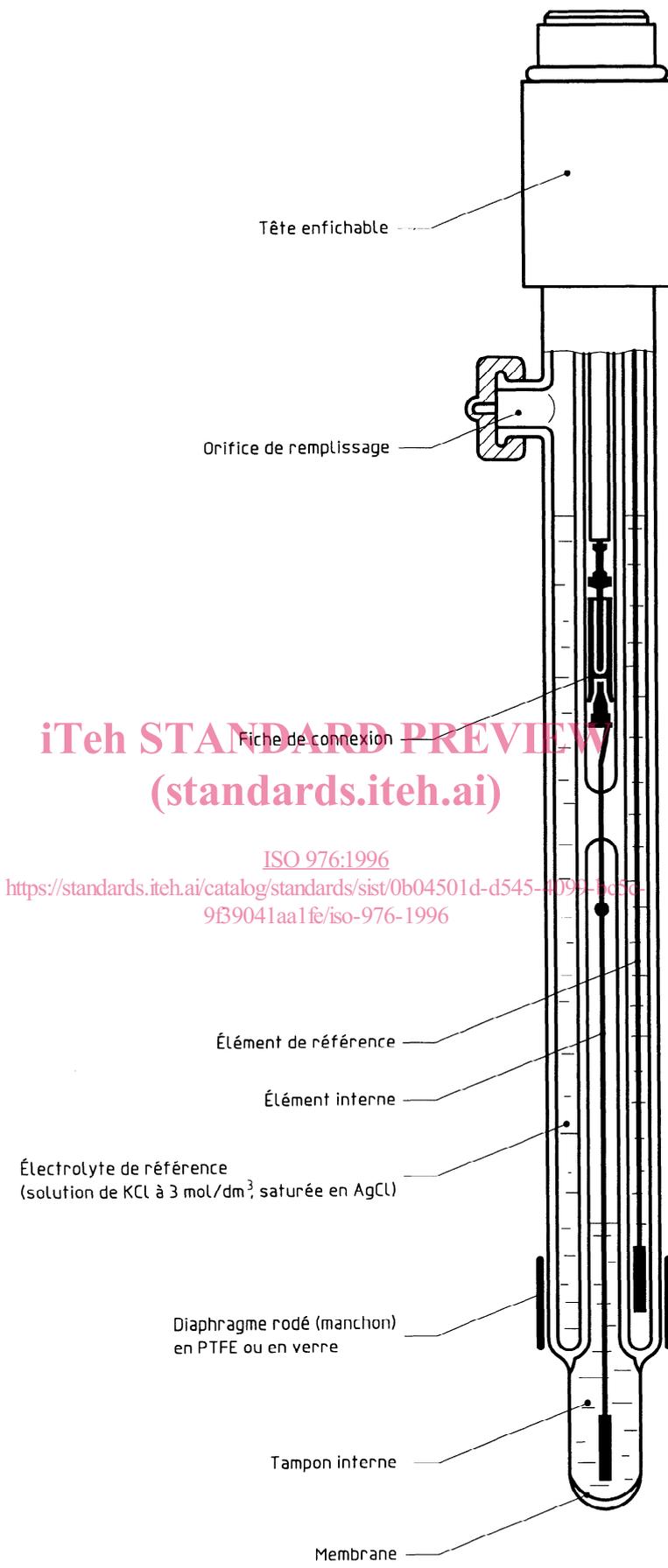
5 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage du latex de caoutchouc ou de la dispersion de polymère conformément à l'une des méthodes prescrites dans l'ISO 123 ou dans l'ISO 842.

6 Mode opératoire

Afin de réduire les effets d'hystérésis thermique et électrique, faire en sorte que les températures des échantillons à mesurer, des électrodes, de l'eau déminéralisée ou distillée utilisée pour les lavages et des solutions étalons soient aussi voisines que possible les unes des autres. Les températures des échantillons à mesurer et des solutions étalons ne doivent pas différer de plus de 1 °C. La température de mesurage est de 23 °C ± 3 °C (27 °C ± 3 °C dans les pays tropicaux).

NOTE 6 La variation de pH dans l'intervalle de 20 °C à 30 °C est négligeable. En outre, il convient de régler le compensateur de température de l'instrument sur la température réelle.



iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

ISO 976:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996>

Figure 1 — Électrode combinée type

6.1 Entretien de l'électrode

Entretien l'électrode combinée (4.2) conformément aux instructions de son fabricant en prenant soin des points suivants.

6.1.1 Refaire le plein de l'électrode en électrolyte de référence (3.4) par l'intermédiaire de l'orifice de remplissage, en enlevant au préalable le capuchon.

Retirer légèrement le manchon rodé pour éliminer tout dépôt de latex et faire apparaître une goutte de l'électrolyte, puis remettre le manchon en place.

Pour l'étalonnage et le mesurage, le capuchon de l'orifice de remplissage de l'électrolyte doit être enlevé afin de permettre une mise à la pression atmosphérique de l'électrolyte de référence.

6.1.2 Lorsqu'elle n'est pas utilisée, l'électrode doit être conservée dans l'électrolyte.

6.2 Étalonnage

6.2.1 Brancher le pH-mètre (4.1) et laisser son électronique se stabiliser. Étalonner le pH-mètre conformément aux instructions de son fabricant, sinon, procéder comme décrit ci-après.

6.2.2 Choisir deux solutions tampons commerciales: une solution tampon de pH 7 (c'est-à-dire à proximité du point zéro de l'électrode) et l'autre différant de la première d'environ 3 unités de pH en plus ou en moins selon le pH de l'échantillon à mesurer. À défaut de solutions tampons toutes prêtes du commerce, utiliser les solutions appropriées préparées (3.1 et 3.2 ou 3.3).

6.2.3 Mettre en équilibre de température les solutions tampons et l'électrode (4.2) à la température prescrite (voir premier alinéa du présent article). Noter la température et effectuer les réglages correspondants du circuit de correction de température.

6.2.4 Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ou déminéralisée (voir article 3), puis avec la solution tampon de pH nominal 7 en faisant couler le liquide le long de l'électrode.

6.2.5 Introduire un volume suffisant de la même solution tampon dans un récipient de mesurage, propre et sec, en verre ou en plastique inerte et y plonger l'électrode en prenant soin que le niveau de l'électrolyte de référence soit plus haut de 5 cm que la solution tampon à mesurer (pour éviter toute contamination de l'électrode).

Mettre sous agitation légère et attendre que l'affichage se stabilise. Régler l'indication du pH-mètre sur le pH de la solution tampon au moyen du bouton de réglage du point zéro. Retirer l'électrode et jeter la solution tampon contenue dans le récipient de mesurage.

6.2.6 Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ou déminéralisée, puis avec la solution tampon choisie [pH 4 (3.2) ou pH 9 (3.3)] en opérant comme décrit en 6.2.4.

NOTE 7 Une solution tampon commerciale ayant un pH dans l'intervalle 9 à 11 peut aussi être utilisée, si elle est disponible, en lieu et place de la solution préparée de pH 9 (3.3).

6.2.7 Immerger l'électrode dans un volume suffisant de solution tampon choisie comme décrit en 6.2.5. Attendre que l'affichage se stabilise avant d'ajuster l'indication sur le pH de la solution tampon au moyen du bouton de réglage de la pente, mais sans toucher au réglage du point zéro.

S'assurer que la pente de l'électrode soit comprise entre $-55,6$ mV et $-61,5$ mV par unité de pH, c'est-à-dire entre 95 % et 103 % de la valeur théorique ($-58,57$ mV par unité de pH à 23 °C).

Si la pente est en dehors de ces limites, entretenir l'électrode comme décrit en 6.1.

Retirer l'électrode et jeter la solution tampon contenue dans le récipient de mesurage.

6.3 Mesurage du pH de l'échantillon pour essai

6.3.1 Mélanger l'échantillon pour essai soigneusement pour s'assurer qu'il soit homogène.

6.3.2 Rincer l'électrode et le récipient de mesurage, d'abord à l'eau distillée ou déminéralisée, puis avec pour essai en opérant comme décrit en 6.2.4. Introduire un volume suffisant dans le récipient de mesurage (on peut aussi utiliser un récipient supplémentaire, propre et sec) et y plonger l'électrode comme décrit en 6.2.5. Mettre sous agitation légère.

Attendre que l'affichage se stabilise et relever le pH.

Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ou déminéralisée afin d'éliminer toute pellicule de latex avant qu'elle ne sèche.

6.3.3 Recommencer les opérations prescrites en 6.3.2 avec une nouvelle portion de l'échantillon pour essai:

- Si la nouvelle indication du pH-mètre ne diffère pas de la précédente de 0,1 unité de pH, l'essai est terminé.
- Si la mesure diffère de plus de 0,1 unité de pH, refaire deux déterminations supplémentaires après avoir procédé à toutes les vérifications nécessaires pour déceler une éventuelle cause d'erreur.

Si une série de déterminations consécutives doivent être effectuées, étalonner le pH-mètre conformément à 6.2 toutes les 30 min, ou plus fréquemment en

fonction des variations trouvées à chaque vérification consécutive.

7 Expression des résultats

Calculer la moyenne des deux indications concordantes et l'arrondir à 0,1 unité de pH près.

Exprimer le résultat en unités de pH à la température de 23 °C, lorsque celle-ci a pu être adoptée. Dans le cas contraire, préciser la température d'essai.

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) pH du latex ou de la dispersion de polymère, exprimé à 0,1 unité de pH près, et température d'essai;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- f) date et lieu de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 976:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996>

Annexe A (informative)

Fidélité de la méthode d'essai

En suivant exactement le mode opératoire, il est possible d'obtenir les données de fidélité suivantes.

A.1 Répétabilité

0,1 unité de pH

A.2 Reproductibilité

0,2 unité de pH

NOTE 8 Le travail qui a permis de fournir les données de fidélité avait démarré avant la publication de l'ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées*. Par conséquent, les données de fidélité ne sont pas exprimées dans le format recommandé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 976:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 976:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b04501d-d545-4099-bc5c-9f39041aa1fe/iso-976-1996>