

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**249**

Troisième édition  
1995-12-15

---

---

**Caoutchouc naturel brut — Détermination  
de la teneur en impuretés**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubber, raw natural — Determination of dirt content*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 249:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17137b6d-de56-4c3f-825d-805f01df529d/iso-249-1995>



Numéro de référence  
ISO 249:1995(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 249 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 249:1987), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1995

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 naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés

**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 la détermination de la teneur en impuretés du caoutchouc naturel brut.

Elle n'est pas applicable aux impuretés qui se trouvent sur la surface du caoutchouc par suite d'une contamination.

## 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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

ISO 2393:1994, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produit en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées.*

## 3 Réactifs

**AVERTISSEMENT** — Toutes les précautions recommandées concernant la santé et la sécurité devront être prises au cours de cette analyse et plus particulièrement celles concernant la manipulation des produits inflammables nécessaires. Tous les solvants doivent être exempts d'eau et d'impuretés.

Au cours de l'analyse, utiliser si possible uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**3.1 Xylènes mélangés**, intervalle de distillation 139 °C à 141 °C.

**3.2 White spirit à haute teneur en aromatiques**, reconnu comme solvant des hydrocarbures, intervalle de distillation 155 °C à 196 °C, ou autre solvant des hydrocarbures à point d'ébullition identique.

**3.3 Pétrole léger**, intervalle de distillation 60 °C à 80 °C, ou autre solvant des hydrocarbures à point d'ébullition identique.

**3.4 Toluène.**

### 3.5 Agents peptisants du caoutchouc.

**3.5.1 Xylyl mercaptan**, solution à 36 % (*m/m*) dans l'huile minérale.

**3.5.2 2-Mercaptobenzothiazole.**

**3.5.3 Disulfure de di-(2-benzamidophényle).**

**3.5.4 Tolylyl mercaptan**, solution à 20 % (*m/m*) à 40 % (*m/m*) dans l'huile minérale.

**3.5.5 Autre agent de peptisation du caoutchouc complètement soluble.**

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Fiole conique**, de 250 cm<sup>3</sup> ou 500 cm<sup>3</sup> de capacité, munie d'un bouchon approprié; ou **bécher**, de 250 cm<sup>3</sup> ou 500 cm<sup>3</sup> de capacité, et **verre de montre**, de diamètre approprié comme couvercle.

**4.2 Réfrigérant à air**, court (facultatif).

**4.3 Thermomètre**, gradué jusqu'à 200 °C.

**4.4 Moyens de chauffage**, pour la fiole conique ou le bécher (4.1) et son contenu (voir la note en 5.3.4).

Les plaques chauffantes offrant des surfaces de chauffe uniforme ou des lampes infrarouges (250 W) peuvent être placées par rangée, le fond de la fiole conique étant situé à environ 20 cm au-dessus des lampes. Il est recommandé de disposer d'un contrôle individuel pour chaque lampe de manière à éviter une surchauffe localisée. On peut également utiliser un bain de sable.

**4.5 Tamis**, de 45 µm d'ouverture nominale de mailles, en toile métallique résistant à la corrosion, de préférence en acier inoxydable, conforme aux prescriptions de l'ISO 565.

**4.5.1** La toile à tamis doit être montée à l'extrémité d'un tube en métal d'environ 25 mm de diamètre et d'au moins 20 mm de longueur.

**4.5.2** Le tamis doit être fabriqué de façon que la toile ne subisse aucune déformation et soit protégée contre toute détérioration accidentelle. Un appareillage approprié est représenté à la figure 1.

**4.5.3** Les tamis et leurs montures peuvent également être construits en enlevant le fond d'un creuset métallique ayant les dimensions appropriées et en soudant le tamis au creuset. Cela permet d'avoir un récipient assez grand pour la solution de caoutchouc, pendant le filtrage.

**4.5.4** Un tamis à grandes ouvertures peut également être soudé en dessous de la toile métallique de 45 µm pour la protéger des détériorations accidentelles. Ce tamis «de protection» ne doit gêner en rien le filtrage mais seulement renforcer la toile métallique.

**4.5.5** Un appareil commercial de filtrage (avec toile métallique de 45 µm) est acceptable, à la condition qu'il puisse être utilisé comme spécifié dans la présente Norme internationale.

**4.6 Appareil à ultrasons**, pour le nettoyage de tamis (facultatif mais souhaitable).

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Préparation de la prise d'essai

**5.1.1** Préparer un échantillon pour laboratoire de caoutchouc naturel brut homogénéisé conformément à l'ISO 1795. Prélever une quantité de caoutchouc d'environ 30 g sur l'échantillon pour laboratoire homogénéisé et la passer deux fois entre les cylindres d'un malaxeur de laboratoire, l'écartement des cylindres devant être ajusté à 0,5 mm ± 0,1 mm à l'aide d'une lame de plomb (voir ISO 2393).

**5.1.2** Immédiatement après, peser une prise d'essai de masse comprise entre 10 g et 20 g. (Pour les caoutchoucs propres à faible teneur en impuretés, il est recommandé de prélever une prise d'essai de 20 g. Pour les caoutchoucs très contaminés, une prise d'essai de masse moindre doit être utilisée.)

**5.1.3** Effectuer la détermination en double.

### 5.2 Préparation du peptisant

**5.2.1** Si l'on utilise du xylyl mercaptan (3.5.1), utiliser 1 g de la solution par prise d'essai et 150 cm<sup>3</sup> à 230 cm<sup>3</sup> de solvant (3.1 ou 3.2).

**5.2.2** Si l'on utilise du 2-mercaptobenzothiazole (3.5.2) ou du disulfure de di-(2-benzamidophényle) (3.5.3), en utiliser 0,5 g par prise d'essai. Préparer une solution en dissolvant 0,5 g de produit dans 200 cm<sup>3</sup> de solvant (3.1 ou 3.2).

Dimensions en millimètres

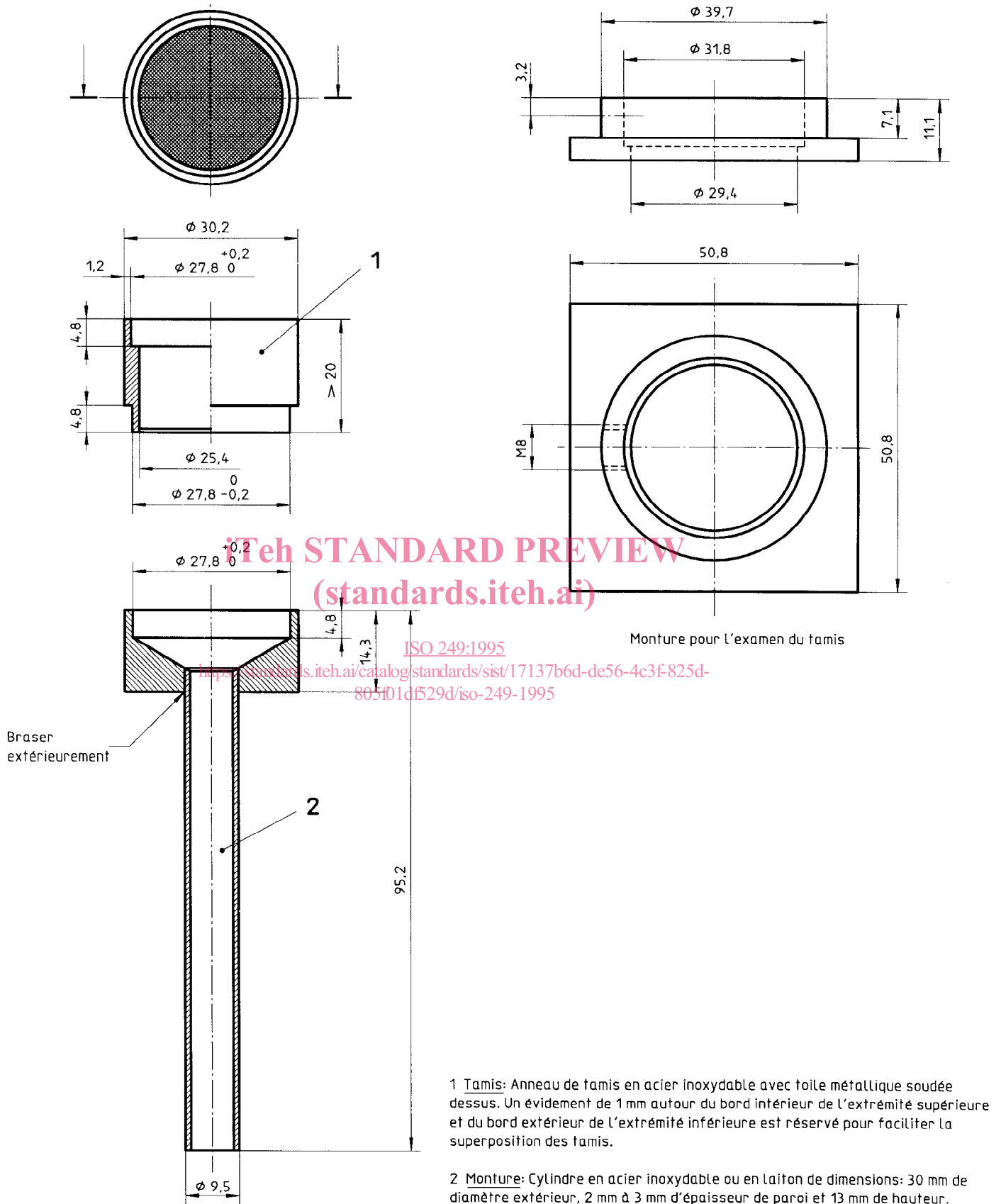


Figure 1 — Détails de tamis et montures appropriés à la détermination des impuretés

**5.2.3** Si l'on utilise du tolyl mercaptan (3.5.4), utiliser 1 g à 1,5 g de la solution par prise d'essai et 200 cm<sup>3</sup> de solvant (3.1 ou 3.2).

### 5.3 Détermination

**5.3.1** Introduire, dans la fiole conique ou le bécher (4.1), le solvant et un agent peptisant conformément à 5.2.1, 5.2.2 ou 5.2.3.

**5.3.2** Découper la prise d'essai en morceaux d'environ 1 g chacun et laisser tomber ces morceaux séparément dans la fiole conique ou le bécher contenant le solvant (5.3.1).

**5.3.3** Chauffer la fiole ou le bécher et son contenu (voir 4.4) à une température comprise entre 125 °C et 130 °C, jusqu'à obtention d'une solution homogène, ou boucher la fiole ou couvrir le bécher avec le verre de montre et laisser reposer durant plusieurs heures à la température ambiante, avant de chauffer à une température comprise entre 125 °C et 130 °C. Il est possible d'utiliser le réfrigérant court à air (4.2) pendant le chauffage, afin de diminuer l'évaporation du solvant.

**5.3.4** Agiter la fiole ou remuer le bécher de temps en temps à la main.

L'ébullition ou bien l'excès de chauffage de la solution de caoutchouc pouvant provoquer la formation d'une substance semblable à un gel, laquelle rend le filtrage ultérieur difficile et entraîne une teneur apparente en impuretés plus élevée, éviter d'utiliser un appareillage et des conditions susceptibles de produire une surchauffe locale.

**5.3.5** Lorsque le caoutchouc est complètement dissous et lorsque la solution est convenablement mobile, décanter la solution chaude au travers du tamis (4.5), lequel a été pesé à 0,1 mg près, en retenant la majeure partie des impuretés dans la fiole conique.

**5.3.6** Laver la fiole ou le bécher et les impuretés retenues, avec du solvant (3.1 ou 3.2) chaud, jusqu'à ce que tout le caoutchouc ait entièrement disparu, en retenant encore la majeure partie des impuretés dans la fiole conique ou le bécher. (Il faut normalement utiliser environ 100 cm<sup>3</sup> de solvant chaud pour un lavage efficace.) Pendant la dernière phase de l'opération de lavage, faire tomber les impuretés de la fiole ou du bécher sur le tamis. Détacher toute impureté adhérent à la fiole ou au bécher à l'aide d'une baguette en verre de manière à la faire tomber sur le tamis.

**5.3.7** Enlever tout le caoutchouc gélifié qui ne passerait pas au travers du tamis selon l'une des techniques suivantes:

- en brossant doucement le dessous du tamis avec un petit pinceau en poil de martre alors que du solvant chaud reste dans le tamis;
- en posant le tamis dans un bécher contenant du toluène (3.4), en quantité telle que le niveau soit de 10 mm, puis en faisant bouillir doucement durant 1 h et en couvrant le bécher avec un verre de montre.

Ces opérations devraient de préférence être réalisées sous une hotte.

**5.3.8** Laver deux fois le tamis soit avec du pétrole léger (3.3) et sécher à 100 °C durant 30 min, soit avec du white spirit (3.2) et sécher durant 1 h à 100 °C.

**5.3.9** Les impuretés retenues sur le tamis après séchage ne doivent pas être compactes et, exception faite des matières fibreuses, elles doivent pouvoir être entraînées facilement par écoulement. Elles doivent pouvoir être facilement dégagées de la toile du tamis. Si tel n'est pas le cas, répéter le traitement avec le toluène bouillant comme en 5.3.7 b).

**5.3.10** Si du caoutchouc gélifié reste encore, abandonner la détermination et effectuer un nouvel essai.

**5.3.11** Mettre à refroidir le tamis et le résidu dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

### 5.4 Entretien des tamis

**5.4.1** À toutes les phases de l'essai, manipuler le tamis avec précaution. Après chaque détermination, examiner le tamis, par exemple à l'aide d'un microscope ou d'un projecteur à glissière (permettant de projeter une image de la toile métallique sur un écran), afin de vérifier qu'il n'a pas subi de dommage. En cas de déformation appréciable de la toile métallique, la jeter et la remplacer par une toile neuve.

**5.4.2** Après chaque détermination, enlever les impuretés libres par un brossage effectué avec précaution. Il est généralement possible de nettoyer des tamis partiellement obstrués en les plongeant dans du xylène bouillant. Les tamis peuvent, toutefois, être nettoyés de manière encore plus efficace par traitement dans l'appareil à ultrasons (4.6). Si, en dépit de ce traitement, la toile à tamis est encore fortement obstruée et si la masse du tamis dépasse de 1 mg sa masse initiale, remplacer la toile métallique usagée par une toile neuve.

**5.4.3** Les tamis peuvent être conservés dans du toluène chaud de manière à réduire la formation de dépôts de caoutchouc.

## 6 Expression des résultats

Calculer la teneur en impuretés, exprimée en pourcentage en masse, de la prise d'essai à l'aide de la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, des impuretés.

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

## 7 Fidélité

### 7.1 Généralités

Les calculs de fidélité permettant d'exprimer la répétabilité et la reproductibilité ont été effectués conformément à l'ISO/TR 9272. Consulter ce Rapport technique pour les concepts et la nomenclature de la fidélité. L'annexe A de la présente Norme internationale donne des indications sur l'utilisation de la répétabilité et de la reproductibilité.

### 7.2 Détails sur la fidélité

**7.2.1** Un programme d'essai interlaboratoire (ITP) a été organisé fin 1984 par l'Institut de recherche du caoutchouc de Malaisie. Deux programmes distincts ont été menés, l'un en mars et l'autre en juillet. Deux types de matériaux ont été envoyés à chaque laboratoire:

- a) échantillons mélangés de deux caoutchoucs «A» et «B»;

- b) échantillons (normaux) non mélangés des deux mêmes caoutchoucs «A» et «B».

**7.2.2** Pour les deux échantillons non mélangés et mélangés, un résultat d'essai correspond à la moyenne de cinq déterminations distinctes.

**7.2.3** Une fidélité de «type 1» a été mesurée lors du programme. Le temps consacré à la répétabilité et à la reproductibilité se mesure en jours. Quatorze laboratoires au total ont participé au programme «échantillons mélangés» et 13 au programme «échantillons non mélangés».

## 7.3 Résultats de fidélité

Les résultats de fidélité pour le programme «échantillons mélangés» sont donnés dans le tableau 1 et ceux pour le programme «échantillons non mélangés» dans le tableau 2.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

## 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) moyenne des deux résultats;
- d) solvant et agent peptisant utilisés;
- e) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- f) 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.



Tableau 1 — Fidélité de type 1 — Essai d'«échantillons mélangés»

Caoutchouc	Teneur moyenne en impuretés % (m/m)	Répétabilité intralaboratoire		Reproductibilité interlaboratoire	
		$r$	( $r$ )	$R$	( $R$ )
A	0,11	0,018 5	16,4	0,031	27,0
B	0,16	0,038 5	24,4	0,065	40,9
Valeurs mises en commun	0,14	0,031	22,4	0,051	37,1

$r$  = répétabilité, en pourcentage en masse

( $r$ ) = répétabilité, en pourcentage (relatif) de la moyenne

$R$  = reproductibilité, en pourcentage en masse

( $R$ ) = reproductibilité, en pourcentage (relatif) de la moyenne

Tableau 2 — Fidélité de type 1 — Essai d'«échantillons non mélangés»

Caoutchouc	Teneur moyenne en impuretés % (m/m)	Répétabilité intralaboratoire		Reproductibilité interlaboratoire	
		$r$	( $r$ )	$R$	( $R$ )
A	0,04	0,013	31,5	0,035	86,2
B	0,04	0,017	39,3	0,029	67,7
Valeurs mises en commun	0,04	0,015	35,8	0,032	77,1

Voir tableau 1 pour les définitions des symboles.



## Annexe A (informative)

### Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité

**A.1** Le mode opératoire général pour l'utilisation des résultats de fidélité se présente comme suit, le symbole  $|x_1 - x_2|$  désignant une différence positive de n'importe quelles des deux valeurs de mesure (c'est-à-dire, sans tenir compte du signe).

**A.2** Choisir dans le tableau de fidélité approprié (quel que soit le paramètre d'essai considéré) une valeur moyenne (du paramètre mesuré) la plus proche de la moyenne de données «d'essai» en question. Cette ligne du tableau donnera les valeurs applicables de  $r$ ,  $(r)$ ,  $R$  ou  $(R)$  à utiliser dans le processus de décision.

**A.3** À l'aide de ces valeurs  $r$  et  $(r)$ , les énoncés de répétabilité généraux suivants peuvent servir à la prise de décisions.

**A.3.1** Pour une différence absolue: «La différence  $|x_1 - x_2|$  entre deux moyennes (valeurs) d'essai, trouvée sur des échantillons de matériaux nominale-ment identiques dans des conditions d'utilisation correctes et normales du mode opératoire, dépassera la répétabilité  $r$  donnée dans le tableau, en moyenne pas plus d'une fois sur 20».

**A.3.2** Pour une différence de pourcentage entre deux moyennes (valeurs) d'essai: «La différence en pour-cent

$$[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2] \times 100$$

entre deux moyennes (valeurs) d'essai, trouvée sur des échantillons de matériaux nominale-ment identiques dans des conditions d'utilisation correctes et normales du mode opératoire, dépassera la répétabilité  $(r)$  donnée dans le tableau, en moyenne pas plus d'une fois sur 20».

**A.4** À l'aide de ces valeurs  $R$  et  $(R)$ , les énoncés de reproductibilité générales suivantes peuvent servir à la prise de décisions.

**A.4.1** Pour une différence absolue: «La différence  $|x_1 - x_2|$  entre deux moyennes (valeurs) d'essai mesurées indépendamment, trouvée dans deux laboratoires utilisant des modes opératoires corrects et normaux et des échantillons de matériaux nominale-ment identiques, dépassera la reproductibilité  $R$  donnée dans le tableau, pas plus d'une fois sur 20».

**A.4.2** Pour une différence de pourcentage entre deux moyennes (valeurs) d'essai: «La différence en pour-cent

$$[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2] \times 100$$

entre deux moyennes (valeurs) d'essai mesurées indépendamment, trouvée dans deux laboratoires utilisant des modes opératoires corrects et normaux et des échantillons de matériaux nominale-ment identiques, dépassera la reproductibilité  $(R)$  donnée dans le tableau, pas plus d'une fois sur 20».