

Première édition
1997-07-15

**Caoutchouc — Latex de polychloroprène —
Détermination de l'alcalinité**

Rubber — Polychloroprene latex — Determination of alkalinity

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13773:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>



Numéro de référence
ISO 13773:1997(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 13773 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

[ISO 13773:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>

© 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 – Latex de polychloroprène – Détermination de l'alcalinité

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 l'utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'alcalinité du latex de polychloroprène préparé par polymérisation du chloroprène en émulsion alcaline. Elle ne convient pas pour le latex de polychloroprène préparé en émulsion non ionique, le latex concentré de caoutchouc naturel, et ne convient pas nécessairement pour les latex de caoutchouc synthétique autres que le polychloroprène.

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>

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

ISO 976:1996, *Caoutchouc et plastiques — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc — Détermination du pH*.

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

3 Principe

Une prise d'essai d'une dispersion du latex est titrée électrométriquement par l'acide chlorhydrique jusqu'au deuxième point d'inflexion de la courbe de titrage (pH de 4 à 5). L'alcalinité est calculée à partir de la quantité d'acide nécessaire.

L'alcalinité s'exprime généralement en deux composantes: la quantité d'acide nécessaire pour le premier point d'inflexion (pH de 10 à 11), qui mesure la quantité d'alcali libre (la réserve alcaline) et la quantité d'acide supplémentaire nécessaire pour le deuxième point d'inflexion, qui mesure la quantité d'agents tensioactifs organiques anioniques saponifiés présents dans le latex, que l'on appelle généralement «titre delta».

NOTE — En cas d'utilisation d'un pH-mètre pour vérifier le titrage, il était d'usage jusqu'à présent d'établir les points d'inflexion aux pH 10,5 et 4,5. Cependant, comme ces valeurs ne correspondent pas toujours aux points d'inflexion, les résultats obtenus risquent d'être approximatifs.

Les résultats sont exprimés en millimoles d'acide chlorhydrique par 100 g de latex.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée exempte de dioxyde de carbone dissous, ou de l'eau de pureté équivalente (qualité 3 selon l'ISO 3696).

4.1 Solution stabilisante: solution à 10 % (*m/m*) d'un stabilisant non ionique du type condensat d'alkylphénol polyéthoxylé.

NOTE — La nature précise du stabilisant n'est pas critique, dans la mesure où il donne, au latex, une stabilité aux acides et n'interfère pas avec le titrage.

4.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, solution titrée.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de titrage potentiométrique automatique, doté d'une burette automatique pouvant délivrer un volume de 50 cm³.

NOTE — Il est permis d'utiliser une burette manuelle de 50 cm³. Dans ce cas, il est souhaitable d'évaluer au préalable les points limites approximatifs.

5.2 Électrode à pH combinée, avec électrode en verre incorporée, utilisable avec des solutions pouvant aller jusqu'à un pH de 14,0.

5.3 Agitateur magnétique ou mécanique, à vitesse variable et à pale non métallique ou barreau magnétique. Le moteur doit être correctement mis à la terre, pour éviter les interférences.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'une des méthodes prescrites dans l'ISO 123.

NOTE — Les échantillons à l'air libre de latex de polychloroprène alcalin absorbent rapidement le dioxyde de carbone de l'air.

7 Mode opératoire

Régler la température des réactifs et de l'échantillon pour essai à 23 °C ± 1 °C et étalonner l'appareil de titrage conformément aux instructions du fabricant ou selon la description relative aux pH-mètres de l'ISO 976.

Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai d'environ 35 g de latex dans un bécher en verre ou en plastique propre d'une contenance d'environ 150 cm³. Introduire l'agitateur (5.3) et le mettre en route. Régler la vitesse de l'agitateur de façon à obtenir un petit vortex à la surface du liquide, et ajouter lentement 10 cm³ de solution stabilisante (4.1) à l'aide d'une pipette. Introduire l'électrode (5.2) et l'extrémité de décharge de réactif de l'appareil de titrage.

S'il y a des signes d'à-coups ou de coagulation lors de l'addition du stabilisant, le diluer avec un égal volume d'eau avant ajout.

Commencer le titrage et ajouter de manière automatique et contrôlée jusqu'à 50 cm³ de solution d'acide chlorhydrique (4.2), l'augmentation de volume et de vitesse étant fonction de la variation du pH. Enregistrer les volumes d'acide V_1 et V_2 , mesurés au premier et au deuxième points d'inflexion de la courbe de titrage (respectivement environ pH 10,5 et 4,5). Noter le pH précis aux points d'inflexion.

En cas d'utilisation d'une burette manuelle (voir la note à 5.1), il est souhaitable d'effectuer un titrage préliminaire pour avoir une indication approximative des points limites. Pour les titrages suivants, ajouter la solution d'acide chlorhydrique par petites doses dans la plage du point d'inflexion.

Si l'on constate des signes de coagulation au cours du dosage, répéter le mode opératoire, mais en utilisant 20 cm³ de solution stabilisante.

Répéter le dosage en utilisant une nouvelle prise d'essai de latex. Si les chiffres d'alcalinité diffèrent de plus de 0,02 mmol, refaire le dosage avec deux nouvelles prises d'essai.

8 Expression des résultats

8.1 Fixer les paramètres de calcul de l'appareil de titrage potentiométrique automatique de façon à obtenir la réserve alcaline du latex AR, exprimé en millimoles d'acide chlorhydrique par 100 g de latex, à l'aide de l'équation

$$AR = \frac{cV_1}{m} \times 100$$

où

c est la concentration réelle, exprimée en moles de HCl par décimètre cube, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée;

V_1 est le volume, en centimètres cubes, d'acide chlorhydrique nécessaire pour atteindre le premier point limite;

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

8.2 Calculer le titre delta du latex ΔT , exprimé en millimoles d'acide chlorhydrique par 100 g de latex, comme suit:

$$\Delta T = \frac{c(V_2 - V_1)}{m} \times 100$$

ISO 13773:1997
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>

où

V_2 est le volume, en centimètres cubes, d'acide chlorhydrique nécessaire pour atteindre le second point limite;

c , V_1 et m ont les mêmes significations qu'en 8.1.

8.3 Calculer l'alcalinité du latex A , exprimée en millimoles d'acide chlorhydrique par 100 g de latex, comme suit:

$$A = AR + \Delta T$$

où AR et ΔT ont les mêmes significations qu'en 8.1 et 8.2.

9 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 pour essai;
- c) alcalinité du latex, exprimée à 0,1 mmol près;
- d) réserve alcaline et titre delta du latex, exprimés à 0,1 mmol d'acide chlorhydrique près par 100 g de latex;

- e) pH enregistré au premier et au deuxième points d'inflexion;
- f) quantité de solution stabilisante utilisée;
- g) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de la détermination;
- h) 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 considérées comme facultatives;
- i) date et lieu de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13773:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>

Annexe A (informative)

Fidélité de la méthode d'essai

Si le fonctionnement et les contrôles sont précis, il est possible d'obtenir les données de fidélité suivantes:

A.1 Répétabilité

Dans la plage de $\pm 0,02$ mmol.

A.2 Reproductibilité

Non établie.

NOTE — Les travaux relatifs aux clauses de fidélité ont débuté 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 résultats ne sont pas exprimés sous la forme recommandée par ce Rapport technique.

[ISO 13773:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e36c4c8-a862-4d47-8536-c50e34286d1a/iso-13773-1997>

Annexe B (informative)

Exemple de variation de pH pendant un titrage

Volume cm ³	Incrément cm ³	Signal pH	Variation du signal Δ pH	Différence Δ pH/cm ³
0,00	0,00	12,603	0,000	0,000
1,71	1,71	12,511	0,092	0,054
2,57	0,86	12,458	0,053	0,062
3,00	0,43	12,429	0,029	0,067
3,86	0,86	12,369	0,060	0,070
4,86	1,00	12,293	0,076	0,076
5,86	1,00	12,208	0,085	0,085
6,86	1,00	12,108	0,100	0,100
7,86	1,00	11,988	0,120	0,120
8,83	0,97	11,842	0,146	0,151
9,54	0,71	11,703	0,139	0,196
10,09	0,55	11,564	0,139	0,253
10,53	0,44	11,421	0,143	0,325
10,86	0,33	11,286	0,135	0,409
11,14	0,28	11,148	0,138	0,493
11,37	0,23	11,018	0,130	0,565
11,58	0,21	10,891	0,127	0,605
11,79	0,21	10,766	0,125	0,595
12,02	0,23	10,634	0,132	0,574
12,27	0,25	10,507	0,127	0,508
12,58	0,31	10,372	0,135	0,435
12,95	0,37	10,236	0,136	0,368
13,40	0,45	10,099	0,137	0,304
13,97	0,57	9,960	0,139	0,244
14,69	0,72	9,819	0,141	0,196
15,59	0,90	9,681	0,138	0,153
16,59	1,00	9,558	0,123	0,123
17,59	1,00	9,456	0,102	0,102
18,59	1,00	9,368	0,088	0,088
19,59	1,00	9,290	0,078	0,078
20,59	1,00	9,217	0,073	0,073
21,59	1,00	9,150	0,067	0,067
22,59	1,00	9,087	0,063	0,063
23,59	1,00	9,023	0,064	0,064
24,59	1,00	8,961	0,062	0,062
25,59	1,00	8,899	0,062	0,062
26,59	1,00	8,836	0,063	0,063
27,59	1,00	8,770	0,066	0,066
28,29	0,70	8,702	0,068	0,097
29,59	1,30	8,630	0,072	0,055
30,59	1,00	8,556	0,074	0,074
31,59	1,00	8,473	0,083	0,083
32,59	1,00	8,381	0,092	0,092
33,59	1,00	8,281	0,100	0,100
34,59	1,00	8,168	0,113	0,113
35,59	1,00	8,035	0,133	0,133
36,49	0,90	7,899	0,136	0,151
37,29	0,80	7,758	0,141	0,176
37,94	0,65	7,626	0,132	0,203
38,55	0,61	7,492	0,134	0,220

39,10	0,55	7,351	0,141	0,256
39,57	0,47	7,219	0,132	0,281
40,01	0,44	7,073	0,146	0,332
40,41	0,40	6,956	0,117	0,293
40,96	0,55	6,775	0,181	0,329
41,37	0,41	6,626	0,149	0,363
41,78	0,41	6,469	0,157	0,383
42,20	0,42	6,303	0,166	0,395
42,62	0,42	6,130	0,173	0,412
43,05	0,43	5,934	0,196	0,456
43,48	0,43	5,700	0,234	0,544
43,91	0,43	5,402	0,298	0,693
44,35	0,44	4,987	0,415	0,943
44,79	0,44	4,504	0,483	1,098
45,24	0,45	4,076	0,428	0,951
45,69	0,45	3,739	0,337	0,749
46,15	0,46	3,454	0,285	0,620
46,61	0,46	3,216	0,238	0,517
47,08	0,47	3,017	0,199	0,423
47,55	0,47	2,860	0,157	0,334
48,03	0,48	2,735	0,125	0,260
48,75	0,72	2,591	0,144	0,200
49,68	0,93	2,450	0,141	0,152
50,00	0,32	2,411	0,039	0,122

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

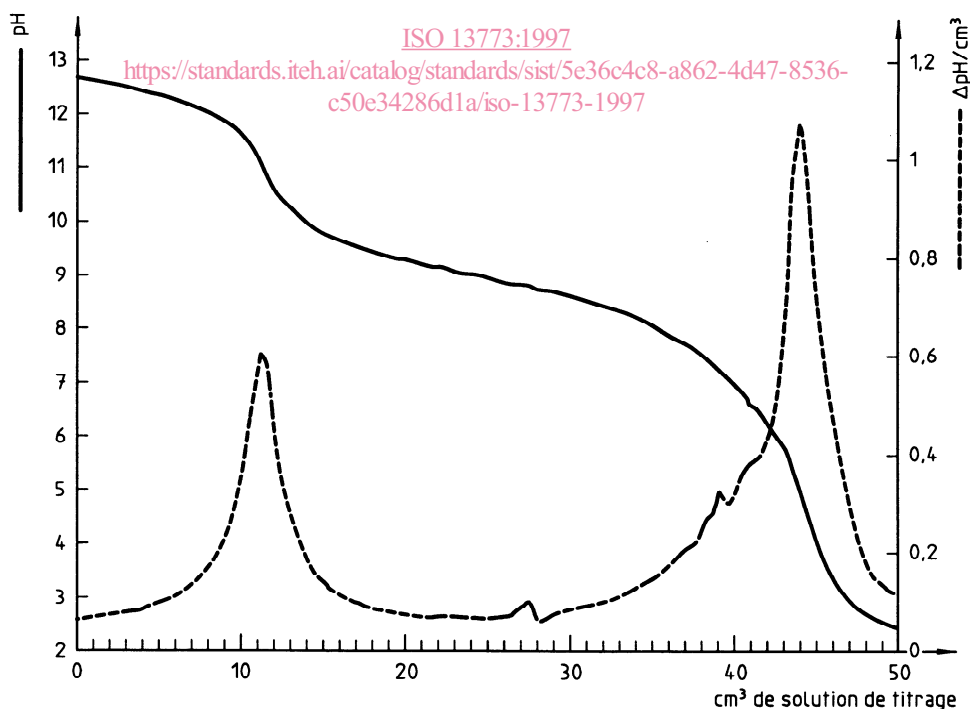


Figure B.1 – Exemple de courbe de titrage et de sa dérivée