

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Acide stéarique — Définition et méthodes  
d'essai**

*Rubber compounding ingredients — Stearic acid — Definition and test  
methods*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8312:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>



## Sommaire

<b>1</b>	<b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b>	<b>Terme et définition.....</b>	<b>2</b>
<b>4</b>	<b>Échantillonnage .....</b>	<b>2</b>
<b>5</b>	<b>Propriétés physiques et chimiques .....</b>	<b>2</b>
<b>Annexe A</b>	<b>(normative) Détermination des cendres à 550 °C ± 25 °C.....</b>	<b>4</b>
<b>Annexe B</b>	<b>(normative) Dosage du cuivre — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique .....</b>	<b>6</b>
<b>Annexe C</b>	<b>(normative) Dosage du manganèse — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique .....</b>	<b>8</b>
<b>Annexe D</b>	<b>(normative) Dosage du fer — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique .....</b>	<b>10</b>
<b>Annexe E</b>	<b>(normative) Dosage du nickel — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique .....</b>	<b>12</b>
<b>Annexe F</b>	<b>(normative) Détermination de l'acidité minérale — Méthode titrimétrique .....</b>	<b>14</b>
<b>Annexe G</b>	<b>(normative) Dosage du cuivre — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire .....</b>	<b>16</b>
<b>Annexe H</b>	<b>(normative) Dosage du manganèse — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire .....</b>	<b>17</b>
<b>Annexe J</b>	<b>(normative) Dosage du fer — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire .....</b>	<b>18</b>
<b>Annexe K</b>	<b>(normative) Dosage du nickel — Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire .....</b>	<b>19</b>
<b>Annexe L</b>	<b>(informative) Classification de l'acide stéarique et des mélanges d'acide stéarique/acide palmitique, et propriétés physicochimiques caractéristiques.....</b>	<b>20</b>

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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 8312 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*.

Elle annule et remplace l'ISO 8312-1:1988, dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A à K constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale. L'annexe L est donnée uniquement à titre d'information.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 8312:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Acide stéarique — Définition et méthodes d'essai

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de garantir leur conformité avec les conditions réglementaires nationales.

## 1 Domaine d'application

**1.1** La présente Norme internationale définit l'acide stéarique (y compris les mélanges d'acide stéarique et d'acide palmitique) utilisé comme ingrédient de mélange dans l'industrie du caoutchouc et spécifie les méthodes d'essai qui permettent de décrire ses propriétés.

**1.2** La classification de l'acide stéarique et des mélanges d'acide stéarique et d'acide palmitique en fonction de l'indice d'iode, et les propriétés physicochimiques caractéristiques de ces matériaux destinés à être utilisés dans l'industrie du caoutchouc sont données dans l'annexe L (donnée uniquement à titre d'information).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur.

ISO 660:1996, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.*

ISO 662:1998, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.*

ISO 935:1988, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination du titre.*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3596-1:1988, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en matières insaponifiables — Partie 1: Méthode par extraction à l'oxyde diéthylique (méthode de référence).*

ISO 3596-2:1988, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en matières insaponifiables — Partie 2: Méthode rapide par extraction à l'hexane.*

ISO 3657:1988, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de saponification.*

ISO 3961:1996, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'iode.*

ISO 4058:1977, *Magnésium et alliages de magnésium — Dosage du nickel — Méthode photométrique à la diméthylglyoxime.*

ISO 5508:1990, *Corps gras d'origines animale et végétale — Analyse par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras.*

ISO 5509:—<sup>1)</sup>, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation des esters méthyliques d'acides gras.*

ISO 5794-1:1994, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut.*

ISO 6685:1982, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10.*

ISO 7780:1998, *Caoutchoucs et latex de caoutchoucs — Dosage du manganèse — Méthodes photométriques au périodate de sodium.*

ISO 8053:1995, *Caoutchouc et latex — Dosage du cuivre — Méthode photométrique.*

ISO 15528:—<sup>2)</sup>, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

### 3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### acide stéarique

(industrie du caoutchouc) mélange d'acides gras saturés à chaîne droite formé principalement d'acide stéarique sous la forme  $C_{17}H_{35}COOH$  et d'acide palmitique sous la forme  $C_{15}H_{31}COOH$

[ISO 8312:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999)

#### 4 Échantillonnage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

L'échantillonnage doit être effectué conformément au mode opératoire de l'ISO 15528 consacré aux poudres sèches, à l'aide d'un ustensile en acier inoxydable.

### 5 Propriétés physiques et chimiques

On doit déterminer les propriétés physiques et chimiques conformément aux méthodes d'essai énumérées dans le Tableau 1.

---

<sup>1)</sup> À publier. (Révision de l'ISO 5509:1978)

<sup>2)</sup> À publier. (Révision de l'ISO 842:1984 et l'ISO 1512:1991)

**Tableau 1 — Liste des propriétés physiques et chimiques de l'acide stéarique et méthodes employées pour leur détermination**

Propriété	Méthode d'essai
Indice d'acide, mg KOH/g	ISO 660
Indice de saponification, mg KOH/g	ISO 3657
Titre, °C	ISO 935
Acides gras, C <sub>16</sub> à C <sub>18</sub> y compris les insaturés, % (m/m) total	ISO 5508 et ISO 5509
Matières volatiles à 105 °C ± 3 °C, % (m/m)	ISO 662, méthode B (méthode de l'étuve)
Cendres à 550 °C ± 25 °C, % (m/m)	Annexe A
Indice d'iode, g/100 g	ISO 3961
Acidité minérale, cm <sup>3</sup> /100 g	Annexe F
Cuivre, mg/kg	Annexe B ou annexe G <sup>a</sup>
Manganèse, mg/kg	Annexe C ou annexe H <sup>a</sup>
Fer, mg/kg	Annexe D ou annexe J <sup>a</sup>
Matières insaponifiables, % (m/m)	ISO 3596-1 ou ISO 3596-2
Nickel, mg/kg	Annexe E ou annexe K <sup>a</sup>

<sup>a</sup> Quand on vise la rapidité et la simplicité, les méthodes prescrites dans les annexes B, C, D et E sont recommandées.

Si l'on ne dispose pas d'un spectromètre à absorption atomique, on peut recourir aux méthodes par spectrométrie d'absorption moléculaire indiquées dans les annexes G, H, J et K.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- b) une référence à la présente Norme internationale (ISO 8312);
- c) les résultats obtenus:
  - 1) le taux de cendres;  $w_A$  en A.4,
  - 2) la teneur en cuivre;  $w_{Cu}$  en B.6 ou dans l'annexe G (déclarer la méthode d'essai),
  - 3) la teneur en manganèse;  $w_{Mn}$  en C.6 ou dans l'annexe H (déclarer la méthode d'essai),
  - 4) la teneur en fer;  $w_{Fe}$  en D.6 ou dans l'annexe J (déclarer la méthode d'essai),
  - 5) la teneur en nickel;  $w_{Ni}$  en E.6 ou dans l'annexe K (déclarer la méthode d'essai),
  - 6) l'acidité minérale;  $N_{ma}$  en F.5,
  - 7) les résultats des autres essais qui ont pu être réalisés (voir Tableau 1);
- d) toutes les particularités inhabituelles notées au cours de l'essai;
- e) toutes les opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- f) les dates des essais.

## Annexe A (normative)

### Détermination des cendres à 550 °C ± 25 °C

#### A.1 Principe

Une prise d'essai pesée est volatilisée sans ignition avec précaution et le résidu est calciné dans un four à 550 °C ± 25 °C. Le taux de cendres est déterminé en pourcentage de la masse de la prise d'essai initiale.

#### A.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

##### A.2.1 Creuset en silice.

**A.2.2 Matériau de forme plane**, résistant à la chaleur, non conducteur (isolant), d'environ 150 mm × 150 mm.

**A.2.3 Balance analytique**, précise à 0,1 mg.

**A.2.4 Four à moufle**, réglable à 550 °C ± 25 °C.

#### A.3 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

**A.3.1** Chauffer le creuset en silice propre (A.2.1) à 600 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près. Déposer environ 10 g d'échantillon dans le creuset et de nouveau peser à 0,1 mg près. Placer l'ensemble dans un trou de la plaque de matériau résistant à la chaleur (A.2.2).

**A.3.2** Chauffer doucement le creuset et son contenu afin de volatiliser la prise d'essai, en veillant à ce que la vapeur ne s'enflamme pas et que des gaz chauds émanant du brûleur ne pénètrent pas dans le creuset.

**A.3.3** Lorsque toutes les matières volatiles ont été éliminées, placer le creuset dans le four à moufle (A.2.4), réglé à 550 °C ± 25 °C et faire brûler le contenu durant 30 min.

**A.3.4** Placer le creuset dans un dessiccateur et laisser refroidir.

**A.3.5** Repeser le creuset à 0,1 mg près.

**A.3.6** Répéter les opérations A.3.3, A.3.4 et A.3.5 jusqu'à ce que des déterminations successives de masse ne diffèrent pas de plus de 2 mg.

**A.3.7** Conserver les cendres recueillies en A.3.6 si on peut les utiliser pour un autre essai.

#### A.4 Expression des résultats

Calculer le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w_A = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

$w_A$  est le taux de cendres, en pourcentage;

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset vide;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset et des cendres.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 8312:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

## Annexe B (normative)

### Dosage du cuivre — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

#### B.1 Principe

Les cendres obtenues conformément à l'annexe A sont dissoutes dans de l'acide chlorhydrique puis diluées avec de l'eau jusqu'au volume défini. L'absorbance est mesurée à 324,7 nm dans un spectromètre d'absorption atomique. La teneur en cuivre est déterminée par rapport à une courbe d'étalonnage établie en mesurant l'absorbance de solutions étalons de cuivre.

#### B.2 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.

**B.2.1 Acide chlorhydrique**, solution à 10 % (m/m).

**B.2.2 Cuivre**, solution étalon correspondant à 10 mg de Cu par dm<sup>3</sup>.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### B.3 Appareillage

ISO 8312:1999

Matériel courant de laboratoire, et <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc1cc618-5336-4911-97f4-46541ee30d8c/iso-8312-1999>

**B.3.1 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'une lampe à cathode creuse au cuivre.

**B.3.2 Fioles jaugées**, deux de 10 cm<sup>3</sup> de capacité et six de 50 cm<sup>3</sup> de capacité, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042, classe A.

#### B.4 Mode opératoire

**B.4.1** Recueillir un échantillon de cendres en procédant à l'essai décrit dans l'annexe A.

**B.4.2** Dissoudre les cendres ainsi obtenues dans 5 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique dilué (B.2.1). Transvaser la totalité de la solution dans une fiole jaugée de 10 cm<sup>3</sup> (voir B.3.2).

**B.4.3** Diluer les cendres assimilées avec de l'eau pour obtenir un volume exact de 10 cm<sup>3</sup> dans la fiole jaugée.

**B.4.4** Régler la longueur d'onde du spectromètre d'absorption atomique (B.3.1) sur 324,7 nm, puis aspirer en rapide succession la solution d'essai dans la flamme ainsi que de l'eau puis une solution à blanc composée des mêmes réactifs et en appliquant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

**B.4.5** Répéter l'opération et noter les valeurs moyennes d'absorbance de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

## B.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

### B.5.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans une série de six fioles jaugées de 50 cm<sup>3</sup> (voir B.3.2), introduire les volumes de la solution étalon de cuivre (B.2.2) indiqués dans le Tableau B.1, diluer jusqu'au trait avec de l'eau et mélanger.

Tableau B.1 — Solutions d'étalonnage pour doser le cuivre

Volume de la solution étalon de cuivre (B.2.2) cm <sup>3</sup>	Concentration de cuivre µg/cm <sup>3</sup>
0,5	0,1
2,5	0,5
5,0	1,0
10,0	2,0
15,0	3,0
25,0	5,0

### B.5.2 Mesurages spectrométriques

Aspirer successivement chaque solution d'étalonnage dans la flamme du spectromètre d'absorption atomique (B.3.1) et noter leur absorbance à une longueur d'onde de 324,7 nm, conformément aux instructions du fabricant de l'instrument.

Aspirer de l'eau dans la flamme après chaque mesure.

### B.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en reportant en abscisse la masse, en microgrammes, de cuivre contenue dans 1 cm<sup>3</sup> de solution d'étalonnage et en ordonnée la valeur correspondante de l'absorbance.

## B.6 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage tracée selon B.5.3, déterminer la teneur en cuivre correspondant aux valeurs d'absorbance de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La concentration de cuivre à déterminer doit être comprise dans la partie linéaire de la courbe d'étalonnage.

La teneur totale en cuivre de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par l'équation

$$w_{\text{Cu}} = \frac{10(m_3 - m_4)}{m_0}$$

où

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

$m_3$  est la masse, en microgrammes, de cuivre contenue dans 1 cm<sup>3</sup> de la solution d'essai;

$m_4$  est la masse, en microgrammes, de cuivre contenue dans 1 cm<sup>3</sup> de la solution d'essai à blanc.

Exprimer les résultats à 0,1 mg/kg près.