

---

---

**Caoutchouc brut — Dosage du polystyrène  
séquencé — Méthode de l'ozonolyse**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubber, raw — Determination of block polystyrene content — Ozonolysis  
method*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6235:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995>



## 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 6235 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 6235:1982), dont elle constitue une révision mineure.

© 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 brut — Dosage du polystyrène séquencé — Méthode de l'ozonolyse

**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 du polystyrène séquencé des caoutchoucs de butadiène-styrène (SBR) et des mélanges bruts de SBR séquencés avec d'autres caoutchoucs. Elle ne s'applique pas aux mélanges de SBR séquencés avec les EPDM, IIR, CSM et d'autres caoutchoucs halogénés.

La méthode est applicable aux latex bruts de même composition que celles indiquées ci-dessus et convient pour des polymères séquencés contenant de 5 % (m/m) à 100 % (m/m) de polystyrène. Les caoutchoucs à moins de 5 % (m/m) de polystyrène peuvent donner des résultats erronés sauf si un facteur de correction, basé sur les indications obtenues en travaillant avec de tels caoutchoucs, est appliqué.

La méthode est destinée à être utilisée sur des caoutchoucs sans gel, mais elle peut l'être sur des caoutchoucs avec gel s'il a été prouvé que le gel n'a pas d'effet sur les résultats obtenus.

## 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'appli-

quer 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 1407:1992, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants.*

ISO 4655:1985, *Caoutchouc — Latex de styrène-butadiène renforcé — Détermination de la teneur totale en styrène lié.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

## 3 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans le dichrométhane et les liaisons éthyléniques présentes sont rompues par addition d'ozone. Les ozonides ainsi formés sont ensuite décomposés par un solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 4 Réactions

Les réactions sur lesquelles la méthode est basée sont les suivantes:

- Les longs blocs de polystyrène saturés ne sont pas attaqués par l'ozone, alors que les petits fragments, formés par ozonolyse (aldéhydes et acides carboxyliques), et les fragments de polystyrène de basse masse moléculaire relative provenant de la scission dans les blocs de copo-

lymère statistiques sont solubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

- b) Les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative sont insolubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.
- c) Il est possible de séparer les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative, qui constituent les blocs d'homopolymère, des autres produits solubles avec une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 5 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.

### 5.1 Dichlorométhane.

Il est essentiel que ce réactif ne contienne aucune impureté capable de réagir avec l'ozone en formant un mélange explosif.

### 5.2 Méthanol.

### 5.3 Iodure de potassium, solution à 3 % (m/m).

### 5.4 Acide sulfurique, concentré, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ .

### 5.5 Azéotrope éthanol-toluène (ETA).

Mélanger 7 volumes d'éthanol absolu et 3 volumes de toluène, ou bien mélanger 7 volumes d'éthanol de qualité du commerce et 3 volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition avec de l'oxyde de calcium anhydre sous reflux durant 4 h. Puis distiller l'azéotrope et recueillir la fraction ayant un intervalle de distillation ne dépassant pas 1 °C pour l'utiliser dans l'essai.

### 5.6 Propanol-2.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Creusets de Gooch**, en verre fritté, de porosité fine et de 20 cm<sup>3</sup> à 25 cm<sup>3</sup> de capacité, conformes aux prescriptions de l'ISO 4793.

### 6.2 Flacons laveurs de Durand.

**6.3 Générateur d'ozone**, capable de libérer environ 2 % (V/V) d'ozone.

(La concentration réelle d'ozone dépend du type de générateur utilisé.)

**ATTENTION — Placer le générateur d'ozone sous une hotte afin de réduire au minimum les dangers dus à l'ozone.**

### 6.4 Agitateur magnétique.

### 6.5 Réfrigérant à air, si nécessaire (voir 8.2.4.2).

## 7 Préparation de l'échantillon

**7.1** Si l'échantillon est un latex, préparer un film sec conformément à l'ISO 4655:1985, paragraphe 4.4 et utiliser une partie de ce film comme prise d'essai.

**7.2** Pour les caoutchoucs solides étendus à l'huile, extraire avec l'ETA (5.5) à l'aide de l'appareil prescrit dans l'ISO 1407, sécher et utiliser une partie du produit ainsi obtenu comme prise d'essai.

**7.3** Dans tous les cas, utiliser des échantillons pour essai non homogénéisés, pris au hasard.

**IMPORTANT — Ne pas passer les échantillons pour essai au mélangeur avant analyse.**

## 8 Mode opératoire

**8.1** Couper l'échantillon pour essai en petits morceaux et en peser 0,5 g à 1,0 g, à 0,1 mg près. La quantité de prise d'essai doit être choisie en fonction de la teneur présumée en polystyrène séquencé.

**8.2** Placer la prise d'essai dans un flacon laveur de Durand (6.2) et ajouter 50 cm<sup>3</sup> du dichlorométhane (5.1).

**8.2.1** Dissoudre la prise d'essai à environ 25 °C, en remuant de temps en temps, et raccorder l'arrivée du flacon laveur au générateur d'ozone (6.3) à l'arrivée d'un autre flacon laveur qui contient 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'iodure de potassium (5.3).

**AVERTISSEMENT — L'ozone réagit avec les composés insaturés pour donner des ozonides. Ceux-ci sont stables en solution diluée et ces solutions ne sont pas dangereuses. Toutefois, concentrés et/ou à l'état sec, les ozonides se décomposent rapidement et, dans certains cas, peuvent exploser. Les solutions concentrées d'ozonides sont aussi explosives.**

**Lorsqu'on réalise cette analyse, éviter de laisser diminuer le volume de solvant dans le récipient où se produit la réaction. Si le niveau du solvant baisse, arrêter immédiatement le courant d'ozone et ajouter prudemment du solvant neuf jusqu'à l'obtention du niveau initial.**

**8.2.2** Faire passer un courant d'environ 100 cm<sup>3</sup>/min d'oxygène, contenant environ 2 % (V/V) d'ozone, dans les flacons laveurs. Arrêter le courant de gaz 15 min après l'apparition d'une teinte jaune, due à l'iode libéré de l'iodure de potassium.

NOTE 1 Une réaction prolongée avec l'ozone pourrait provoquer le clivage des chaînes saturées de carbone, et par conséquent, une observance stricte du temps de réaction avec l'ozone, comme indiqué dans la présente Norme internationale, est donc obligatoire. Le sulfure de di-*n*-butyle qui réagit avec l'ozone excédentaire ainsi que la température de - 25 °C pour l'ozonolyse ont été utilisés afin de réduire le clivage des chaînes saturées de carbone. (Voir Barnard, D., *Journal of Polymer Science*, 1956, vol. 22, pp. 213-216.)

**8.2.3** Débrancher le flacon laveur contenant la solution de dichlorométhane, du générateur d'ozone et du flacon laveur contenant la solution d'iodure de potassium.

**8.2.4** Transvaser quantitativement la solution de dichlorométhane, lentement et en agitant constamment, dans un bécher de 600 cm<sup>3</sup> contenant 350 cm<sup>3</sup> du méthanol (5.2) dans lequel ont été ajoutées 5 gouttes de l'acide sulfurique concentré (5.4). Laver le flacon laveur avec quelques centimètres cubes du dichlorométhane, en recueillant le liquide de lavage dans le bécher.

**8.2.4.1** Dans la plupart des cas, le polystyrène insoluble se dépose au fond du bécher pendant la nuit.

**8.2.4.2** Dans certains cas, le polystyrène insoluble ne se dépose pas facilement. Lorsque cela arrive, agiter la solution pendant la nuit au moyen de l'agitateur magnétique (6.4). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole munie du réfrigérant à air (6.5) afin de s'assurer que le dichlorométhane ne s'évapore pas excessivement.

**8.2.4.3** Si le polystyrène insoluble ne se dépose pas au fond du bécher après 24 h, la solution peut être centrifugée après avoir été transvasée quantitativement dans un conteneur de centrifugeuse approprié.

**8.3** Transvaser quantitativement le polystyrène précipité dans un creuset de Gooch taré (6.1), à l'aide d'une tige de verre avec embout en caoutchouc. Laver abondamment le précipité avec du méthanol (5.2) pour éliminer le dichlorométhane, puis avec 100 cm<sup>3</sup> d'eau chaude pour éliminer les agents tensioactifs et les électrolytes, et finalement à nouveau avec du méthanol.

**8.4** Sécher le précipité durant 2 h à 100 °C, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter les opérations de séchage et de pesée jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

**8.5** Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon pour essai. Le résultat de l'essai est la moyenne des deux déterminations.

## 9 Expression des résultats

Calculer la teneur en polystyrène séquencé, exprimée en pourcentage en masse, à 0,2 % près, à l'aide de la formule

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

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset de Gooch et du précipité de polystyrène séquencé;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset de Gooch.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultats individuels et moyenne des deux résultats, ainsi que le mode d'expression utilisé;
- 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 de l'essai.

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

[ISO 6235:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995>

Page blanche

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

ISO 6235:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995>

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

ISO 6235:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/293906e1-d008-4749-bc6a-13c4eba89083/iso-6235-1995>

---

---

**ICS 83.040.10**

**Descripteurs:** caoutchouc, matière première, caoutchouc butadiène-styrène, analyse chimique, dosage, polystyrène.

Prix basé sur 3 pages

---

---