
Norme internationale



248

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles

Rubbers, raw — Determination of volatile matter content

Deuxième édition — 1979-11-15

CDU 678.01 : 53

Réf. n° : ISO 248-1979 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc brut, analyse chimique, dosage, matière volatile.

Prix basé sur 2 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 248 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*. La première édition (ISO 248-1978) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R.F.	Inde	Sri Lanka
Australie	Italie	Suède
Belgique	Malaisie	Suisse
Brésil	Mexique	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Pays-Bas	Turquie
Canada	Pologne	URSS
Espagne	Roumanie	USA
Hongrie	Royaume-Uni	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

France

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 248-1978, incorpore le projet d'additif 1, qui a été soumis aux comités membres en avril 1978, et a été approuvé par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Sri Lanka
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Indonésie	Suisse
Brésil	Malaisie	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Thaïlande
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	URSS
Espagne	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvé pour des raisons techniques :

USA

Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles

0 INTRODUCTION

Dans la présente deuxième édition de l'ISO 248, le texte a été modifié afin de rendre plus claire l'application de l'essai dans le cas de la détermination des huiles hydrocarbonées volatiles.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme internationale spécifie deux méthodes, une méthode par mélangeage à chaud et une méthode par étuvage, pour la détermination de l'humidité et d'autres matières volatiles des caoutchoucs bruts.

1.2 Ces méthodes conviennent à la détermination des matières volatiles des caoutchoucs du groupe «R»¹⁾, répertoriés dans l'ISO 1629. Elles peuvent également être utilisées pour d'autres caoutchoucs, mais, dans ce cas, il est essentiel de prouver que le changement de masse n'est dû qu'à la perte des matières volatiles d'origine et non à la dégradation du caoutchouc.

1.3 La méthode par mélangeage à chaud n'est pas applicable aux caoutchoucs naturels, aux caoutchoucs isoprènes synthétiques, ni aux caoutchoucs trop difficiles à manipuler par ce genre de procédé.

1.4 Les deux méthodes d'essai ne donnent pas nécessairement les mêmes résultats. Par conséquent, en cas de contestation, la méthode par étuvage devra être la méthode de référence.

1.5 La variation de la méthode par étuvage spécifiée en 5.2.4 n'est à utiliser que pour les caoutchoucs naturels classés visuellement, commercialisés en balles et revêtus d'un enduit (talc, kaolin, blanc d'Espagne, par exemple) appliqué sous forme de dissolution.

2 RÉFÉRENCES

ISO 1629, *Caoutchouc et latex de caoutchouc — Nomenclature*.

ISO 1796, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons*.²⁾

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire*.

3 PRINCIPE DES MÉTHODES

3.1 Méthode par mélangeage à chaud

Mélangeage d'une prise d'essai sur des cylindres chauffés

jusqu'à disparition de toutes les matières volatiles. Calcul de la perte de masse en cours de mélangeage et expression en tant que matières volatiles.

3.2 Méthode par étuvage

Pesage d'une prise d'essai issue d'un prélèvement préparé conformément à l'ISO 1796.

Mélangeage de la prise d'essai sur un mélangeur de laboratoire ou pulvérisation à la main. Séchage dans une étuve jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Calcul des matières volatiles comme étant la perte de masse pendant ce processus plus la perte de masse au cours de l'homogénéisation du prélèvement.

4 MÉTHODE PAR MÉLANGEAGE À CHAUD

4.1 Appareillage

4.1.1 **Mélangeur**, conforme aux spécifications de l'ISO 2393.

4.2 Mode opératoire

4.2.1 Peser, à 0,1 g près, une prise d'essai d'au moins 250 g issue d'un prélèvement préparé conformément à l'ISO 1796.

4.2.2 Régler l'écartement des cylindres du mélangeur (4.1.1) à $0,25 \pm 0,05$ mm en utilisant des bandes de plomb, comme spécifié dans l'ISO 2393. Maintenir la température de surface des cylindres à 100 ± 5 °C.

4.2.3 Passer continuellement la prise d'essai dans le mélangeur durant 4 min. Ne pas laisser la prise d'essai s'agglomérer et prendre soin d'éviter toute perte de caoutchouc. Peser la prise d'essai à 0,1 g près. Passer la prise d'essai dans le mélangeur durant encore 2 min et peser de nouveau. Si les masses, à la fin des périodes de 4 et 6 min, diffèrent de moins de 0,1 g, calculer les matières volatiles; dans le cas contraire, poursuivre le passage de la prise d'essai dans le mélangeur durant des périodes de 2 min, jusqu'à ce que la réduction de masse ne dépasse pas 0,1 g au cours de pesées successives. Avant chaque pesée, laisser refroidir le caoutchouc à la température ambiante dans un dessiccateur.

1) Caoutchoucs ayant une chaîne carbonée non saturée, par exemple caoutchouc naturel et caoutchoucs synthétiques dérivés, au moins partiellement, de dioléfines.

2) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 1796-1972.)

4.3 Expression des résultats

La teneur en matières volatiles est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

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

ou

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai, avant mélangeage;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai, après mélangeage.

5 MÉTHODE PAR ÉTUVAGE

5.1 Appareillage

5.1.1 **Étuve**, ventilée, de préférence à circulation d'air, réglable à 100 ± 5 °C et à 160 ± 5 °C.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Dans le cas du caoutchouc naturel, opérer de la façon suivante :

5.2.1.1 Mélanger un prélèvement d'environ 600 g conformément à l'ISO 1796. Peser à 0,1 g près, avant et après homogénéisation.

5.2.1.2 Prélever une prise d'essai d'environ 10 g dans le caoutchouc homogénéisé et la peser à 0,000 1 g près.

5.2.1.3 Le mélangeur étant à 70 ± 5 °C avec un écartement des cylindres permettant de produire une feuille de moins de 2 mm d'épaisseur, passer deux fois la prise d'essai entre les cylindres.

5.2.2 Dans le cas du caoutchouc synthétique, opérer de la façon suivante :

5.2.2.1 Mélanger un prélèvement d'environ 250 g conformément à l'ISO 1796. Le peser à 0,01 g près.

En variante, utiliser une prise d'essai de 10 g, pesée à 0,000 1 g près, avant et après homogénéisation.

5.2.2.2 Le mélangeur étant à 70 ± 5 °C avec un écartement des cylindres permettant de produire une feuille de moins de 2 mm d'épaisseur, passer deux fois la prise d'essai entre les cylindres (voir 5.2.2.3).

5.2.2.3 Si le caoutchouc ne peut être préparé en feuille de 2 mm ou s'il colle aux cylindres du mélangeur, prendre une prise d'essai de 10 g directement sur le prélèvement, puis la couper à la main en petits cubes ayant des arêtes d'environ 2 mm de longueur.

Placer la prise d'essai sur un verre de montre ou un plateau en aluminium pour faciliter la pesée, puis déterminer la masse à 0,000 1 g près.

5.2.3 Placer la prise d'essai, obtenue conformément à 5.2.1 ou 5.2.2, dans l'étuve (5.1.1) réglée à 100 ± 5 °C avec aérateurs ouverts et, si elle en est équipée, ventilateur en marche et l'y laisser séjourner 1 h. Disposer le caoutchouc pour présenter la surface la plus grande possible à l'air chaud. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter le chauffage durant des périodes supplémentaires de 30 min, jusqu'à ce que la réduction de masse ne dépasse pas 0,01 % de la masse initiale au cours de pesées successives.

5.2.4 Afin de déterminer la présence d'huiles d'hydrocarbures volatils, maintenir la température de l'étuve à 160 °C. Cette variante ne s'applique qu'aux caoutchoucs naturels classés visuellement et décrits en 1.5.

NOTE — À la température de 160 °C, la perte de masse peut comprendre non seulement des huiles d'hydrocarbures volatils mais également des produits de dégradation du caoutchouc lui-même, et les résultats doivent être interprétés en conséquence.

5.3 Expression des résultats

5.3.1 Si la prise d'essai vient d'un prélèvement homogénéisé, la teneur en matières volatiles est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\left(1 - \frac{m_4 m_6}{m_3 m_5}\right) \times 100$$

où

m_3 est la masse, en grammes, du prélèvement, avant homogénéisation (voir ISO 1796);

m_4 est la masse, en grammes, du prélèvement, après homogénéisation (voir ISO 1796);

m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai issue du prélèvement;

m_6 est la masse, en grammes, de la prise d'essai, après séchage à l'étuve.

5.3.2 Si la prise d'essai vient d'un prélèvement non homogénéisé, la teneur en matières volatiles est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100$$

où m_5 et m_6 ont la même signification qu'en 5.3.1.

6 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence de la présente Norme internationale;
- tous les renseignements nécessaires à l'identification complète du prélèvement;
- la méthode utilisée (mélangeage à chaud ou étuvage);
- si une prise d'essai de 10 g ou de 250 g de caoutchouc synthétique a été utilisée dans le cas de la méthode par étuvage (voir 5.2.2.1);

- e) si une température de 160 °C a été adoptée dans le cas de la méthode par étuvage (voir 5.2.4);
- f) les résultats obtenus pour chaque prise d'essai;
- g) tous détails particuliers éventuels, relevés au cours de la détermination;
- h) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou facultative;
- i) la date de l'essai.
