

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
248

Troisième édition  
1991-10-15

---

---

**Caoutchoucs bruts — Détermination des  
matières volatiles**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubbers, raw — Determination of volatile-matter content*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 248:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6313dfbe-acfd-4040-9299-a8cd08c36400/iso-248-1991>



Numéro de référence  
ISO 248:1991(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 248 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères* 48:1991

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 248:1979), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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

## Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles

### 1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit 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<sup>1)</sup>, 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 isoprène synthétiques, ni aux caoutchoucs trop difficiles à manipuler par ce genre de procédé et ni aux caoutchoucs en poudre ou en chips.

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

### 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 1629:1987, *Caoutchouc et latex — Nomenclature.*

ISO 1796:1982, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

ISO 2393:—<sup>2)</sup>, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6313dfbe-acfd-4040-9299-a8cd08c36400/iso-248-1991>

### 3 Principe

#### 3.1 Méthode par mélangeage à chaud

Une prise d'essai est mise en feuille mince sur des cylindres chauffés jusqu'à disparition de toutes les matières volatiles. La perte de masse en cours de mélangeage est calculée et exprimée en tant que matières volatiles.

#### 3.2 Méthode par étuvage

Un prélèvement est homogénéisé conformément à l'ISO 1796 à l'aide d'un mélangeur de laboratoire. Une prise d'essai, obtenue soit après homogénéisation, soit directement si le caoutchouc est en poudre, est mise en feuille mince, puis séchée dans une étuve jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Les matières volatiles sont calculées comme étant la perte de masse pendant ce processus plus la perte de masse au cours de l'homogénéisation éventuelle du prélèvement.

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

2) À publier. (Révision de l'ISO 2393:1973)

## 4 Méthode par mélangeage à chaud

### 4.1 Appareillage

**Mélangeur**, conforme aux prescriptions de l'ISO 2393.

### 4.2 Mode opératoire

**4.2.1** Mettre en feuille mince une prise d'essai d'environ 250 g conformément à l'ISO 1796. Peser à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses  $m_1$  et  $m_2$  respectivement).

**4.2.2** Régler l'écartement des cylindres du mélangeur à  $0,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$  en utilisant des bandes de plomb, comme prescrit dans l'ISO 2393. Maintenir la température de surface des cylindres à  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**4.2.3** Passer continuellement une prise d'essai pesée (masse  $m_3$ ) dans le mélangeur (4.1) 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 min 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 entre des pesées successives (masse finale  $m_4$ ). Avant chaque pesée, laisser refroidir le caoutchouc à température ambiante dans un dessiccateur.

**4.2.4** Si le caoutchouc s'écaille ou devient collant sur les cylindres du mélangeur, rendant la pesée difficile ou impossible, la méthode par étuvage (mode opératoire 5.2.2) doit être utilisée.

### 4.3 Expression des résultats

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

$$\left(1 - \frac{m_2 m_4}{m_1 m_3}\right) \times 100$$

où

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

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après homogénéisation;

$m_3$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant mélangeage;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après mélangeage.

## 5 Méthode par étuvage

### 5.1 Appareillage

**Étuve**, ventilée, de préférence à circulation d'air, réglable à  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 5.2 Mode opératoire

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

**5.2.1.1** Si le caoutchouc n'est pas en poudre, prélever environ 600 g et homogénéiser conformément à l'ISO 1796. Peser le prélèvement à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses  $m_5$  et  $m_6$  respectivement). Laisser refroidir à température ambiante avant la pesée finale.

**5.2.1.2** Faire une prise d'essai d'environ 10 g dans le prélèvement homogénéisé et la peser à 1 mg près (masse  $m_7$ ).

**5.2.1.3** Le mélangeur étant à  $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  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.

**5.2.1.4** Comme alternative si le caoutchouc est en poudre, prélever environ 10 g au hasard et placer le prélèvement dans un verre de montre ou une capsule en aluminium pour faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_7$ ).

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

**5.2.2.1** Si le caoutchouc n'est pas en poudre, prélever environ 250 g et homogénéiser conformément au mode opératoire pour le caoutchouc naturel décrit dans l'ISO 1796. Peser le prélèvement à 0,1 g près, avant et après homogénéisation (masses  $m_5$  et  $m_6$  respectivement).

**5.2.2.2** Le mélangeur étant à  $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  avec un écartement des cylindres permettant de produire une feuille de moins de 2 mm d'épaisseur, passer deux fois entre les cylindres une prise d'essai de 10 g provenant du prélèvement homogénéisé et pesée à 1 mg près (masse  $m_7$ ).

**5.2.2.3** Si la mise en feuille est impossible, faire une prise d'essai de 10 g dans le prélèvement homogénéisé et la couper à la main en petits cubes d'environ 2 mm dans un verre de montre ou une capsule en aluminium pour faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_7$ ).

**5.2.2.4** Comme alternative, si le caoutchouc est en poudre, prélever environ 10 g au hasard et placer le prélèvement dans un verre de montre ou une capsule en aluminium pour faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_7$ ).

**5.2.3** Placer la prise d'essai, obtenue conformément à 5.2.1 ou 5.2.2, dans l'étuve (5.1) réglée à  $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , avec aérateurs ouverts et, si elle en est équipée, ventilateurs en marche et l'y laisser séjourner 1 h. Disposer le caoutchouc de façon à 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 1 mg entre des pesées successives (masse finale  $m_8$ ).

### 5.3 Expression des résultats

**5.3.1** Si la prise d'essai provient d'un prélèvement homogénéisé (voir 5.2.1.2 et 5.2.2.2), la teneur en matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\left( \frac{m_5 - m_6}{m_5} + \frac{m_7 - m_8}{m_7} \right) \times 100$$

où

- $m_5$  est la masse, en grammes, du prélèvement avant homogénéisation;
- $m_6$  est la masse, en grammes, du prélèvement après homogénéisation;
- $m_7$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai issue du prélèvement;
- $m_8$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après séchage à l'étuve.

**5.3.2** Si la prise d'essai provient d'un prélèvement directement de lot en poudre (voir 5.2.1.4 et 5.2.2.4), la teneur en matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\left( \frac{m_7 - m_8}{m_7} \right) \times 100$$

où  $m_7$  et  $m_8$  ont les mêmes significations qu'en 5.3.1.

## 6 Fidélité

### 6.1 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.

### 6.2 Détails sur la fidélité

**6.2.1** 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».

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

**6.2.3** La méthode par étuvage (article 5) a servi à déterminer les matières volatiles.

**6.2.4** 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».

### 6.3 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.

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

Caoutchouc	Teneur moyenne en matières volatiles % (m/m)	Répétabilité intralaboratoire		Reproductibilité interlaboratoire	
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )
A	0,37	0,031	8,54	0,154	41,9
B	0,37	0,032	8,71	0,151	40,7
Valeurs mises en commun	0,37	0,032	8,62	0,152	41,3
<p><i>r</i> = répétabilité, en pourcentage en masse</p> <p>(<i>r</i>) = répétabilité, en pourcentage (relatif) de la moyenne</p> <p><i>R</i> = reproductibilité, en pourcentage en masse</p> <p>(<i>R</i>) = reproductibilité, en pourcentage (relatif) de la moyenne</p>					

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

Caoutchouc	Teneur moyenne en matières volatiles % (m/m)	Répétabilité intralaboratoire		Reproductibilité interlaboratoire	
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )
A	0,35	0,081	22,9	0,257	73,1
B	0,40	0,091	23,1	0,299	74,5
Valeurs mises en commun	0,37	0,086	23,0	0,279	74,6
Voir tableau 1 pour les définitions des symboles.					

## 7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification complète du prélèvement;
- méthode utilisée (mélangeage à chaud ou étuvage);
- si une prise d'essai de 10 g a été faite dans un prélèvement homogénéisé (voir 5.2.1.2 et 5.2.2.2) ou directement sous forme de poudre (voir 5.2.1.4 et 5.2.2.4);
- résultats obtenus pour chaque prise d'essai;
- tous détails particuliers éventuels, relevés au cours de la détermination;
- toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou facultative;
- date de l'essai.

## 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 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'utili-sation 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 identi-ques 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 labo-ratoires utilisant des modes opératoires corrects et normaux et des échantillons de matériaux nomi-nalement 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».

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

ISO 248:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6313dfbe-acfd-4040-9299-a8cd08c36400/iso-248-1991>

---

---

**CDU [678.4 + .7].03:543.71**

**Descripteurs:** caoutchouc, caoutchouc brut, dosage, matière volatile.

Prix basé sur 5 pages

---

---