

45

NORME INTERNATIONALE



249

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

Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés

Raw natural rubber — Determination of dirt

Première édition — 1974-04-01

CDU 678.4.032 : 543.869

Réf. N° : ISO 249-1974 (F)

Descripteurs : élastomère, caoutchouc naturel, analyse chimique, dosage, impureté.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 45 a examiné la Recommandation ISO/R 249 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. Celle-ci remplace donc la Recommandation ISO/R 249:1971.

La Recommandation ISO/R 249 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Sri Lanka
Autriche	Iran	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Colombie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
France	Pologne	U.S.A.

Le Comité Membre du pays suivant a approuvé ultérieurement cette Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. d'

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 249 en Norme Internationale.

Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en impuretés du caoutchouc naturel brut. Elle n'est pas applicable aux impuretés qui se trouvent sur la surface du caoutchouc par suite d'une contamination.

2 RÉFÉRENCE

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.*

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

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

3 RÉACTIFS

3.1 Xylène, ou white spirit.

3.2 Éther de pétrole, distillant entre 60 et 80 °C.

3.3 Agent peptisant du caoutchouc, tel que le xylol mercaptan.

3.4 Toluène.

4 APPAREILLAGE

4.1 Fiole conique, bouchée, de capacité comprise entre 250 et 500 ml.

4.2 Réfrigérant, à air, court (facultatif).

4.3 Thermomètre gradué jusqu'à 150 °C.

4.4 Moyens de chauffage pour la fiole conique et son contenu (voir note en 5.2).

4.5 Tamis, de 45 µm d'ouverture de maille nominale, en toile résistant à la corrosion, de préférence en acier inoxydable, conforme aux spécifications de l'ISO 565, *Tamis de contrôle — Toiles métalliques et tôles perforées — Dimensions nominales des ouvertures.*

La toile à tamis doit être montée à l'extrémité d'un tube en métal d'environ 25 mm de diamètre et de longueur comprise entre 10 et 30 mm. Le tamis doit être fabriqué de façon que la toile ne subisse aucune déformation et soit protégée contre toute détérioration accidentelle (voir figure).

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Préparation de la prise d'essai

Préparer une pièce homogénéisée selon l'ISO 1795 et l'ISO 1796. Prélever une quantité de caoutchouc d'environ 30 g sur la pièce homogénéisée et la passer deux fois entre les cylindres d'un malaxeur de laboratoire, l'écartement des cylindres devant être ajusté à $0,5 \pm 0,1$ mm à l'aide d'une lame de plomb (voir ISO 2393).

Immédiatement après, peser une prise d'essai de masse comprise entre 10 et 20 g. (Pour les caoutchoucs propres à faible teneur en impuretés, il est recommandé de prélever une prise d'essai de 20 g. Pour les caoutchoucs très contaminés, une prise d'essai de masse moindre est préférable.)

5.2 Détermination

Découper la prise d'essai en morceaux pesant environ 1 g chacun et laisser tomber ces morceaux séparément dans une fiole conique (4.1) contenant 150 à 250 ml de xylène ou de white spirit (3.1). Ajouter 1 g d'agent peptisant du caoutchouc (3.3).

Chauffer la fiole et son contenu à une température comprise entre 125 et 130 °C, jusqu'à obtention d'une solution homogène, ou boucher la fiole et la laisser reposer durant plusieurs heures à la température ambiante, avant de la chauffer à une température comprise entre 125 et 130 °C. Si on le désire, il est possible d'utiliser un réfrigérant court à air pendant le chauffage.

Il est conseillé d'agiter la fiole de temps à autre pendant les périodes de repos et de chauffage.

NOTE — Pour réduire au minimum les risques de formation de gel et les difficultés de filtration qui en résultent, il convient d'éviter l'emploi d'appareils et toutes conditions susceptibles de provoquer un échauffement excessif localisé. Le chauffage à l'aide de lampes à rayons infra-rouges est recommandé.

Lorsque le caoutchouc est complètement dissous, décanter la solution à travers le tamis qui a été pesé à 0,1 mg près, en retenant la majeure partie des impuretés dans la fiole conique. Laver la fiole et les impuretés retenues, avec du solvant de caoutchouc chaud, jusqu'à ce que tout le caoutchouc ait entièrement disparu, en retenant encore la majeure partie des impuretés dans la fiole conique. Il faut normalement utiliser environ 100 ml de solvant chaud pour

un lavage efficace. Pendant la dernière phase de l'opération de lavage, faire tomber les impuretés de la fiole dans le tamis. Détacher toute impureté adhérant à la fiole à l'aide d'une baguette en verre.

Il est essentiel d'enlever tout le caoutchouc gélifié qui ne passerait pas à travers le tamis. Il est possible d'obtenir ce résultat

- a) soit en brossant doucement le dessous du tamis avec un petit pinceau en poil de martre alors que du solvant chaud reste dans le tamis,
- b) soit en posant le tamis dans un béccher contenant du toluène (3.4), en quantité telle que le niveau soit de 10 mm et en faisant bouillir doucement durant 1 h.

Laver deux fois le tamis avec de l'éther de pétrole (3.2) et sécher durant 30 min à une température d'environ 100 °C.

Les impuretés retenues sur le tamis après séchage ne doivent pas être compactes et exception faite des matières fibreuses, elles doivent pouvoir être entraînées facilement par écoulement. Elles doivent pouvoir être facilement dégagées de la toile du tamis. Si tel n'est pas le cas, répéter le traitement avec le toluène bouillant. Si du caoutchouc gélifié reste encore, la détermination doit être abandonnée et un nouvel essai doit être effectué.

Refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1mg près.

À toutes les phases de l'essai, le tamis doit être manipulé avec précaution et après chaque détermination, examiné à l'aide d'un microscope. En cas de déformation notable de la toile métallique, celle-ci doit être jetée et remplacée par une toile neuve.

Après chaque détermination, enlever les impuretés libres par un brossage effectué avec précaution. Il est généralement possible de nettoyer des tamis partiellement obstrués en les plongeant dans du xylène bouillant. Les

tamis peuvent, toutefois, être nettoyés de manière encore plus efficace par traitement aux ultra-sons. Si, en dépit de ce traitement, la toile à tamis est encore fortement obstruée et si la masse du tamis dépasse de 1 mg sa masse initiale, la toile métallique doit être remplacée par une toile neuve.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la teneur en impuretés du caoutchouc sec, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en grammes, des impuretés.

7 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la présente Norme Internationale;
- b) toutes précisions requises pour l'identification complète de l'échantillon;
- c) résultats, et forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tous détails particuliers éventuellement relevés au cours de l'essai;
- e) compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou toutes opérations facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

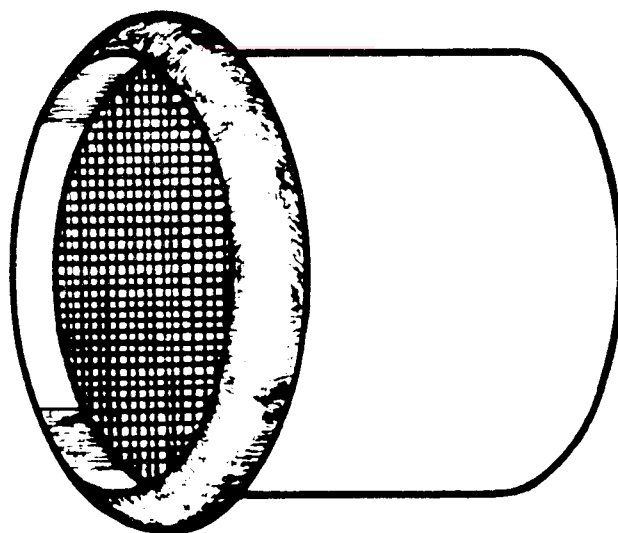
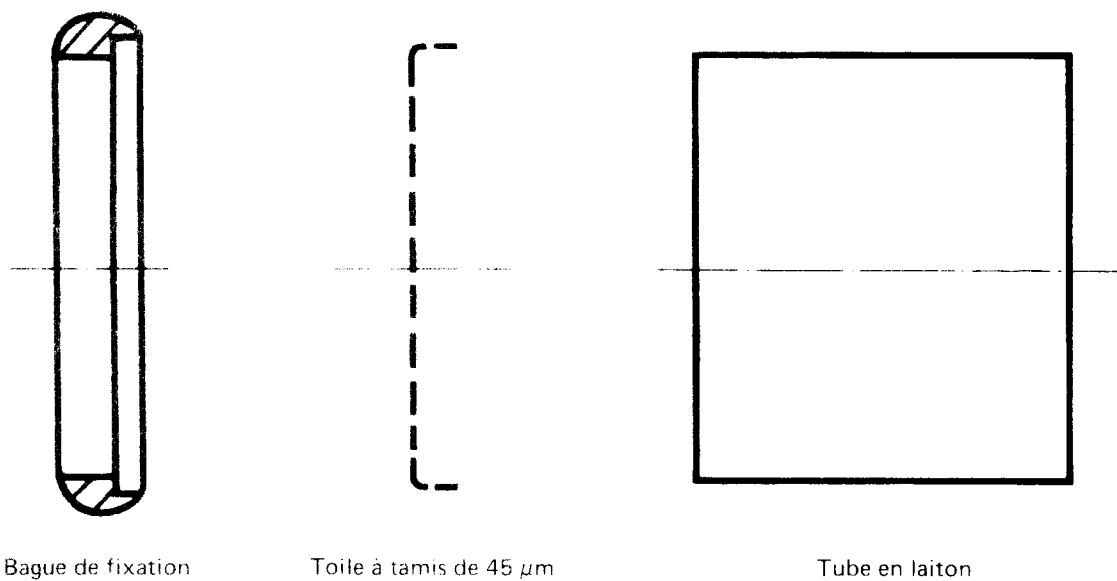


FIGURE -- Détails de construction du tamis

