

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
249

Deuxième édition  
1987-12-15



---

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

---

## **Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés**

*Rubber, raw natural — Determination of dirt content*

---

Numéro de référence  
ISO 249:1987 (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 normalement 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 249 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 249 : 1974), dont elle constitue une révision technique. Elle spécifie de manière plus précise les solvants du caoutchouc et indique les agents peptisants appropriés. Par ailleurs, les dimensions d'un tamis et d'un support appropriés ont été introduites.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# 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 Références

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

**AVERTISSEMENT** — Toutes les précautions recommandées concernant la santé et la sécurité devront être prises au cours de cette analyse et plus particulièrement celles concernant la manipulation des produits inflammables nécessaires. Tous les solvants doivent être exempts d'eau et d'impuretés.

Au cours de l'analyse, utiliser si possible uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**3.1 Xylènes mélangés**, intervalle de distillation 139 à 141 °C.

**3.2 White spirit à haute teneur en aromatiques**, reconnu comme solvant des hydrocarbures, intervalle de distillation 155 à 196 °C, ou autre solvant des hydrocarbures à point d'ébullition identique.

**3.3 Pétrole léger**, intervalle de distillation 60 à 80 °C, ou autre solvant des hydrocarbures à point d'ébullition identique.

**3.4 Toluène.**

**3.5 Agents peptisants du caoutchouc.**

**3.5.1 Xylyl mercaptan**, solution à 36 % (*m/m*) dans l'huile minérale.

**3.5.2 2-Mercaptobenzothiazole.**

**3.5.3 Disulfure de di-(2-benzamidophényle).**

**3.5.4 Tolylyl mercaptan**, solution à 20-40 % (*m/m*) dans l'huile minérale.

**3.5.5 Autre agent de peptisation du caoutchouc complètement soluble.**

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Fiole conique**, de 250 ou 500 cm<sup>3</sup> de capacité, munie d'un bouchon approprié; ou **bécher**, de 250 ou 500 cm<sup>3</sup> de capacité, et **verre de montre**, de diamètre approprié comme couvercle.

**4.2 Réfrigérant à air**, court (facultatif).

**4.3 Thermomètre**, gradué jusqu'à 200 °C.

**4.4 Moyens de chauffage**, pour la fiole conique ou le bécher (4.1) et son contenu (voir la note en 5.3.4).

Les plaques chauffantes offrant des surfaces de chauffe uniforme ou des lampes infrarouges (250 W) peuvent être placées par rangée, le fond de la fiole conique étant situé à environ 20 cm au-dessus des lampes. Il est recommandé de disposer d'un contrôle individuel pour chaque lampe de manière à éviter une surchauffe localisée. On peut également utiliser un bain de sable.

**4.5 Tamis**, de 45 µm d'ouverture de maille nominale, en toile métallique résistant à la corrosion, de préférence en acier inoxydable, conforme aux spécifications de l'ISO 565.

**4.5.1** La toile à tamis doit être montée à l'extrémité d'un tube en métal d'environ 25 mm de diamètre et d'au moins 20 mm de longueur.

**4.5.2** Le tamis doit être fabriqué de façon que la toile ne subisse aucune déformation et soit protégée contre toute détérioration accidentelle. Un appareillage approprié est représenté à la figure.

**4.5.3** Les tamis et leurs montures peuvent également être construits en enlevant le fond d'un creuset métallique ayant les dimensions appropriées et en soudant le tamis au creuset. Ceci permet d'avoir un récipient assez grand pour la solution de caoutchouc, pendant le filtrage.

**4.5.4** Un tamis à grandes ouvertures peut également être soudé en dessous de la toile métallique pour la protéger des détériorations accidentelles. Ce tamis « de protection » ne doit gêner en rien le filtrage mais seulement renforcer la toile métallique.

**4.5.5** Un appareil commercial de filtrage (avec une toile métallique de 45  $\mu\text{m}$ ) est acceptable, à la condition qu'il puisse être utilisé comme spécifié dans la présente Norme internationale.

**4.6 Appareil à ultrasons**, pour le nettoyage de tamis (facultatif mais souhaitable).

## 5 Mode opératoire

### 5.1 Préparation de la prise d'essai

**5.1.1** Préparer un échantillon pour laboratoire de caoutchouc naturel brut homogénéisé selon l'ISO 1795 et l'ISO 1796. Prélever une quantité de caoutchouc d'environ 30 g sur l'échantillon pour laboratoire homogénéisé 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).

**5.1.2** 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, la prise d'essai de masse moindre doit être utilisée.)

**5.1.3** Effectuer la détermination en double.

### 5.2 Préparation du peptisant

**5.2.1** Si l'on utilise du xylol mercaptan (3.5.1), utiliser 1 g de la solution par prise d'essai et 150 à 230  $\text{cm}^3$  de solvant (3.1 ou 3.2).

**5.2.2** Si l'on utilise du 2-mercaptobenzothiazole (3.5.2) ou du disulfure de di-(2-benzamidophényle) (3.5.3), en utiliser 0,5 g par prise d'essai. Préparer une solution en dissolvant 0,5 g de produit dans 200  $\text{cm}^3$  de solvant (3.1 ou 3.2).

**5.2.3** Si l'on utilise du tolyl mercaptan (3.5.4), utiliser 1 à 1,5 g de la solution par prise d'essai et 200  $\text{cm}^3$  de solvant (3.1 ou 3.2).

### 5.3 Détermination

**5.3.1** Introduire, dans la fiole conique ou le bécher (4.1), le solvant et un agent peptisant conformément à 5.2.1, 5.2.2 ou 5.2.3.

**5.3.2** Découper la prise d'essai en morceaux d'environ 1 g chacun et laisser tomber ces morceaux séparément dans la fiole conique ou le bécher contenant le solvant (5.3.1).

**5.3.3** Chauffer la fiole ou le bécher et son contenu (voir 4.4) à une température comprise entre 125 et 130 °C, jusqu'à obtention d'une solution homogène, ou boucher la fiole ou couvrir le bécher avec le verre de montre et laisser reposer durant plusieurs heures à la température ambiante, avant de chauffer à une température comprise entre 125 et 130 °C. Il est possible d'utiliser le réfrigérant court à air (4.2) pendant le chauffage, afin de diminuer l'évaporation du solvant.

**5.3.4** Agiter la fiole ou remuer le bécher de temps en temps à la main.

NOTE -- L'ébullition ou bien l'excès de chauffage de la solution de caoutchouc pouvant provoquer la formation d'une substance semblable à un gel, laquelle rend le filtrage ultérieur difficile et entraîne une teneur apparente en impuretés plus élevée, l'appareillage et les conditions susceptibles de produire une surchauffe locale doivent être évités.

**5.3.5** Lorsque le caoutchouc est complètement dissous et lorsque la solution est convenablement mobile, décanter la solution chaude au travers du tamis (4.5), lequel a été pesé à 0,1 mg près, en retenant la majeure partie des impuretés dans la fiole conique.

**5.3.6** Laver la fiole ou le bécher et les impuretés retenues, avec du solvant (3.1 ou 3.2) chaud, jusqu'à ce que tout le caoutchouc ait entièrement disparu, en retenant encore la majeure partie des impuretés dans la fiole conique ou le bécher. (Il faut normalement utiliser environ 1 000 ml de solvant chaud pour un lavage efficace.) Pendant la dernière phase de l'opération de lavage, faire tomber les impuretés de la fiole ou du bécher sur le tamis. Détacher toute impureté adhérent à la fiole ou au bécher à l'aide d'une baguette en verre de manière à la faire tomber sur le tamis.

**5.3.7** Enlever tout le caoutchouc gélifié qui ne passerait pas au travers du tamis selon l'une des techniques suivantes :

- a) 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) en posant le tamis dans un bécher contenant du toluène (3.4), en quantité telle que le niveau soit de 10 mm, puis en faisant bouillir doucement durant 1 h et en couvrant le bécher avec un verre de montre.

Ces opérations doivent de préférence être réalisées sous une hotte.

**5.3.8** Laver deux fois le tamis soit avec du pétrole léger (3.3) et sécher à 100 °C durant 30 min, soit avec du white spirit (3.2) et sécher durant 1 h à 100 °C.

**5.3.9** 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 comme en 5.3.7 b).

**5.3.10** Si du caoutchouc gélifié reste encore, la détermination doit être abandonnée et un nouvel essai doit être effectué.

**5.3.11** Mettre à refroidir le tamis et le résidu dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

## 5.4 Entretien des tamis

**5.4.1** À toutes les phases de l'essai, le tamis doit être manipulé avec précaution. Après chaque détermination, il doit être examiné, par exemple à l'aide d'un microscope ou d'un projecteur à glissière (permettant de projeter une image de la toile métallique sur un écran), afin de vérifier qu'il n'a pas subi de dommage. En cas de déformation appréciable de la toile métallique, celle-ci doit être jetée et remplacée par une toile neuve.

**5.4.2** 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 ultrasons (4.6). 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.

**5.4.3** Les tamis peuvent être conservés dans du toluène chaud de manière à réduire la formation de dépôts de caoutchouc.

## 6 Expression des résultats

La teneur en impuretés, exprimée en pourcentage en masse, de la prise d'essai est donnée par 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.

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

## 7 Procès-verbal d'essai

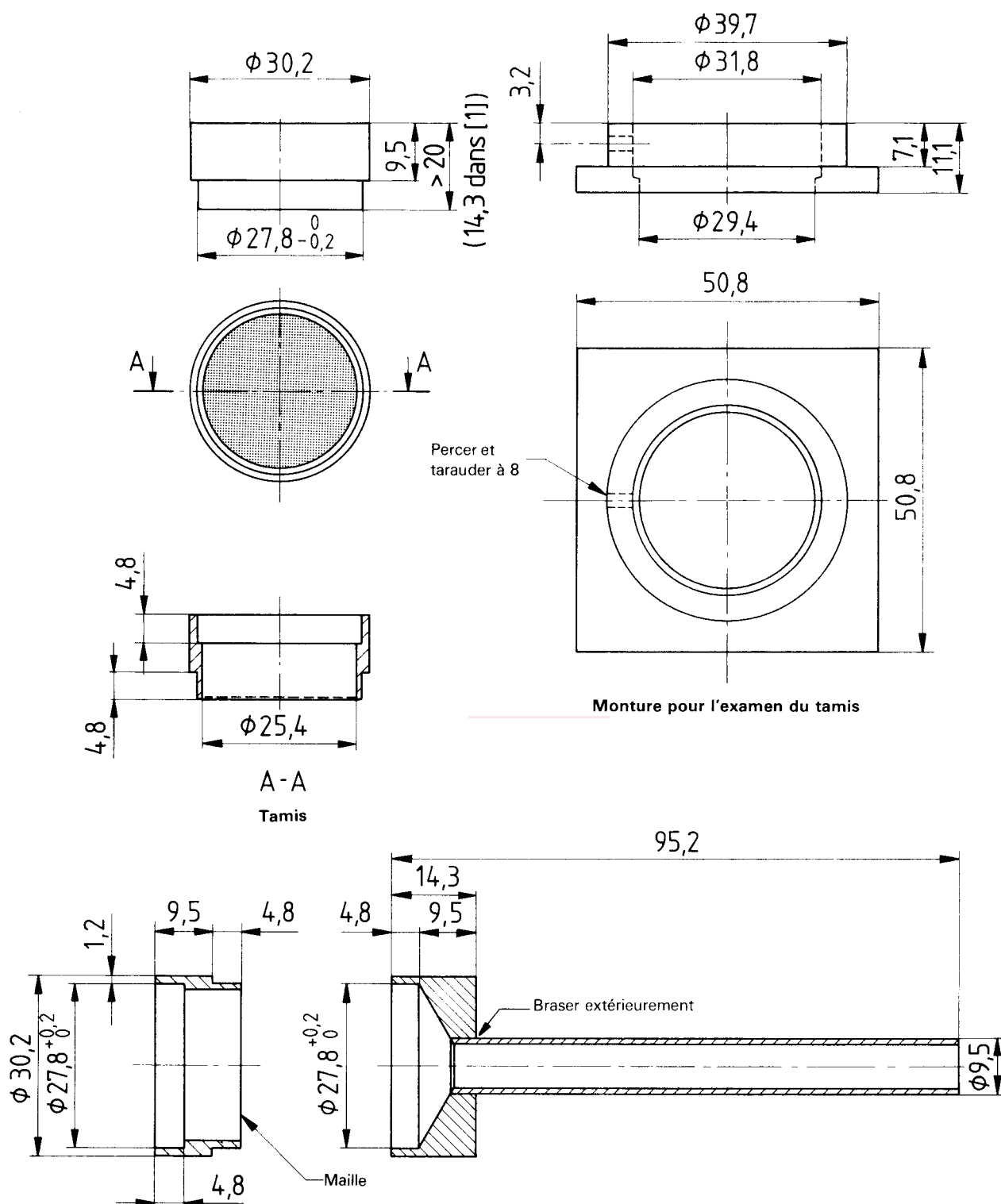
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale ;
- b) tous détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon ;
- c) moyenne des deux résultats ;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai ;
- e) solvant et agent peptisant utilisés ;
- f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

## 8 Bibliographie

- [1] R.R.I.M. Méthodes d'essai pour les caoutchoucs courants d'Indonésie. *SMR Bulletin*, n° 7.

Dimensions en millimètres



**Tamis:** Anneau de tamis en acier inoxydable avec toile métallique soudée dessus. Un évidement de 1 mm autour du bord intérieur de l'extrémité supérieure et du bord extérieur de l'extrémité inférieure est réservé pour faciliter la superposition des tamis.

**Monture:** Cylindre en acier inoxydable ou en laiton de dimensions : 30 mm de diamètre extérieur, 2 à 3 mm d'épaisseur de paroi et 13 mm de hauteur.

Figure — Détails de tamis et montures appropriés à la détermination des impuretés<sup>[1]</sup>

