NORME INTERNATIONALE

ISO 1407

Troisième édition
2009-07-01

Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants

Rubber — Determination of solvent extract

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

Numéro de référence
ISO 1407:2009(F)

© ISO 2009

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2010

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos iv

1 Domaine d'application 1

2 Références normatives 2

3 Principe 2

4 Solvant 2

5 Appareillage 2

6 Préparation des échantillons 3
6.1 Méthodes A et B 3
6.2 Méthode C (caoutchouc brut uniquement) 3

7 Mode opératoire 5
7.1 Généralités 5
7.2 Méthode A 5
7.3 Méthode B 5
7.4 Méthode C 6

8 Calcul et expression des résultats 7
8.1 Méthode A 7
8.2 Méthode B 7
8.3 Méthode C 7
8.4 Expression des résultats 8

9 Fidélité 8

10 Rapport d'essai 8

Annexe A (informative) **Solvants recommandés** 9

Annexe B (informative) **Fidélité** 11

Bibliographie 14

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 1407 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1407:1992), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 1407:1992/Cor.1:2007.

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

ATTENTION — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente Norme internationale peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes pour la détermination quantitative des matériaux pouvant être extraits des caoutchoucs bruts, naturels et synthétiques, et de leurs composés vulcanisés et non vulcanisés:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

— la méthode A mesure la masse de l'extrait par un solvant, après évaporation du solvant, par rapport à la masse de la prise d'essai initiale;

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

— la méthode B mesure la différence entre la masse de la prise d'essai avant et après extraction;

— la méthode C, qui concerne uniquement le caoutchouc brut, mesure la différence entre la masse de la prise d'essai avant et après extraction par un solvant en ébullition.

NOTE 1 Selon la méthode d'essai employée, le conditionnement de la prise d'essai et le solvant utilisé, le résultat d'essai ne sera pas nécessairement le même.

NOTE 2 La méthode C donne généralement des résultats inférieurs à ceux obtenus avec les méthodes A et B à cause de l'établissement d'un équilibre, en particulier si l'on utilise des prises d'essai importantes, en fonction de la teneur en matière extractible et de la nature de celle-ci. La méthode C est toutefois plus rapide que la méthode A ou la méthode B.

NOTE 3 La méthode C ne convient pas si la prise d'essai se désintègre au cours de l'extraction.

Des recommandations sur le solvant le plus approprié pour chaque type de caoutchouc sont données à l'Annexe A.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO 4661-2, *Caoutchouc vulcanisé — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 2: Essais chimiques*

3 Principe

L'extraction d'une prise d'essai de caoutchouc est réalisée avec un solvant approprié dans un équipement adapté.

La quantité extraite est obtenue en mesurant la masse de l'extrait ou la masse de la prise d'essai après extraction et en la comparant à la masse de la prise d'essai initiale.

4 Solvant

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des solvants de qualité analytique reconnue.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Il convient d'utiliser de préférence l'un des solvants recommandés dans le Tableau A.1, sauf spécification contraire ou accord entre les parties intéressées.

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

5 Appareillage

5.1 Balance, précise à ±0,1 mg.

5.2 Appareil d'extraction: des exemples de types d'appareils d'extraction adaptés sont illustrés à la Figure 1. Tout autre type d'appareil qui exécute la même fonction d'extraction peut être utilisé, à condition qu'il puisse être démontré qu'il conduit aux mêmes résultats que ceux obtenus avec les types d'appareils illustrés à la Figure 1.

NOTE L'appareil utilisé pour la méthode C est le même que celui utilisé pour les méthodes A et B mais sans la cartouche d'extraction.

5.3 Système de chauffage régulé.

5.4 Évaporateur rotatif ou tout autre équipement d'évaporation approprié.

5.5 Équipement de séchage, de type étuve ou dessiccateur sous vide.

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

6 Préparation des échantillons

6.1 Méthodes A et B

Pour le caoutchouc brut et les composés non vulcanisés, choisir un échantillon conformément à l'ISO 1795 et le faire passer à température ambiante dans un mélangeur de laboratoire à deux rouleaux ou une presse afin d'obtenir des feuilles d'environ 0,5 mm d'épaisseur.

Pour le caoutchouc vulcanisé, choisir un échantillon conformément à l'ISO 4661-2. Étant donné que l'efficacité de l'extraction est fonction de la surface de contact solide/solvant, diviser l'échantillon, si nécessaire, afin d'obtenir des fragments d'une taille maximale de 2 mm^2.

6.2 Méthode C (caoutchouc brut uniquement)

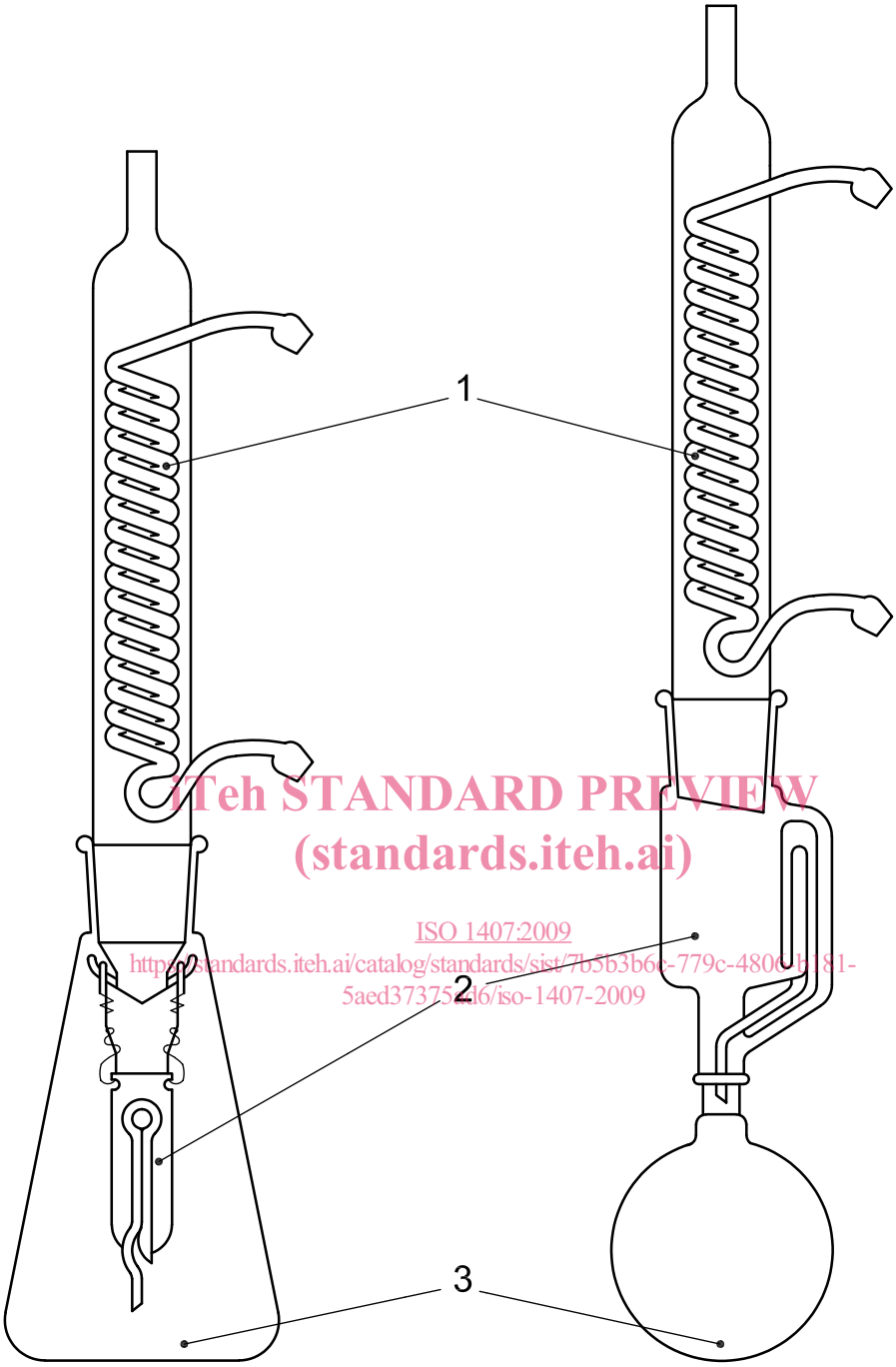
Choisir un échantillon conformément à l'ISO 1795 et le préparer selon l'un des deux modes opératoires suivants.

a) Faire passer l'échantillon à température ambiante dans un mélangeur de laboratoire à deux rouleaux ou une presse afin d'obtenir des feuilles d'une épaisseur inférieure ou égale à 0,5 mm.

   L'épaisseur des feuilles est importante pour l'efficacité de l'extraction. S'il est difficile d'obtenir des feuilles d'une épaisseur inférieure ou égale à 0,5 mm, la température du rouleau ou de la presse peut être augmentée jusqu'à environ 100 °C maximum.

b) Diviser l'échantillon pour obtenir des fragments d'une taille maximale de 2 mm^2.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-5aed37375216/iso-1407-2009

a) Appareil d'extraction entièrement en verre de type Kumagawa

b) Appareil d'extraction entièrement en verre de type Soxhlet

Légende

1 réfrigérant

2 tube extracteur

3 collecteur

NOTE Le graissage des joints rodés est déconseillé.

Figure 1 — Types d'appareils d'extraction adaptés

© ISO 2009 – Tous droits réservés

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Réaliser les essais en double.

7.2 Méthode A

7.2.1 Sécher le collecteur vide jusqu'à masse constante et le peser (m_1).

7.2.2 Peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 2 g à 5 g (m_0), selon la quantité d'extrait présumée.

7.2.3 Placer la prise d'essai pesée dans une cartouche d'extraction en cellulose ou l'envelopper dans du papier filtre ou dans une toile métallique d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de la prise d'essai (150 µm ou 100 mesh, par exemple). Ces matériaux pour enveloppement doivent être préalablement nettoyés dans le solvant à utiliser. Placer la prise d'essai enveloppée dans le tube extracteur de l'appareil.

7.2.4 Introduire dans le collecteur une quantité de solvant égale à 2 ou 3 fois le volume du tube extracteur. Assembler ensuite l'appareil d'extraction.

7.2.5 Réaliser l'extraction pendant 16 h ± 0,5 h (ou pendant une durée plus courte s'il peut être démontré que l'extraction sera complète). Ajuster les conditions de chauffage au cours de l'extraction de sorte que le solvant distille à une vitesse permettant de remplir la cartouche d'extraction au moins 5 fois par heure.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2.6 À la fin de la période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil, retirer le tube extracteur de l'appareil et jeter la prise d'essai de caoutchouc, à moins qu'elle soit nécessaire pour d'autres essais.

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b5b6c-779c-4806-b181-5aed37375ade/iso-1407-2009

7.2.7 Au moyen d'un évaporateur rotatif et/ou d'un autre équipement adapté, éliminer le solvant de l'extrait jusqu'à obtention d'une masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieure ou égale à 0,2 %). Enregistrer la masse du collecteur avec l'extrait (m_2).

Le solvant peut également être évaporé de la fiole ouverte en chauffant doucement sur le dispositif de chauffage utilisé pour l'extraction.

ATTENTION — Cela peut être fait uniquement lorsque les règlements locaux en matière d'hygiène et de sécurité le permettent et seulement sous une hotte aspirante bien ventilée.

7.2.8 Effectuer un essai à blanc en répétant tout le mode opératoire en utilisant le même type d'appareil et la même quantité de solvant que pour la prise d'essai, mais en omettant cette dernière.

7.3 Méthode B

7.3.1 Peser, à 1 mg près, une prise d'essai de 0,5 g à 5 g (m_0), selon la quantité d'extrait présumée.

7.3.2 Placer la prise d'essai pesée dans une cartouche d'extraction en cellulose ou l'envelopper dans du papier filtre ou dans une toile métallique d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de la prise d'essai (150 µm ou 100 mesh, par exemple). Ces matériaux pour enveloppement doivent être préalablement nettoyés dans le solvant à utiliser. Placer la prise d'essai enveloppée dans le tube extracteur de l'appareil.

7.3.3 Introduire dans le collecteur une quantité de solvant égale à 2 ou 3 fois le volume du tube extracteur. Assembler ensuite l'appareil d'extraction.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

7.3.4 Réaliser l'extraction pendant 16 h ± 0,5 h (ou pendant une durée plus courte s'il peut être démontré que l'extraction sera complète). Ajuster les conditions de chauffage au cours de l'extraction de sorte que le solvant distille à une vitesse permettant de remplir la cartouche d'extraction au moins 5 fois par heure.

7.3.5 À la fin de la période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil, enlever le tube extracteur de l'appareil et retirer la prise d'essai. Éliminer le solvant de façon adéquate.

7.3.6 Sécher la prise d'essai dans une étuve jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieure ou égale à 0,2 %) à une température supérieure au point d'ébullition du solvant utilisé. Une durée de séchage d'environ 1 h à 100 °C dans une étuve ventilée est généralement suffisante.

ATTENTION — Pour des raisons de sécurité, tamponner légèrement la prise d'essai avec un tissu absorbant afin d'éliminer l'excès de solvant ou la sécher à l'air dans une chambre de séchage avant de la placer dans l'étuve.

Laisser refroidir la prise d'essai séchée dans un dessiccateur et la peser.

Il est recommandé de vérifier que la prise d'essai séchée ne présente aucune oxydation.

NOTE En présence d'air, une température de séchage trop élevée peut entraîner une dégradation de la prise d'essai et affecter le résultat. L'utilisation du vide abaisse le point d'ébullition du solvant.

7.4 Méthode C

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.4.1 Découper l'échantillon de caoutchouc brut en feuilles pesant entre 90 mg et 110 mg.

7.4.2 Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai de 200 mg à 600 mg (m_0), selon la quantité d'extrait présumée.

ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b5b6c-779c-4806-b181-5aed37375ad6/iso-1407-2009

7.4.3 Placer la prise d'essai pesée dans un collecteur de 150 ml à 300 ml.

7.4.4 Ajouter environ 25 cm^3 de solvant pour chaque prise d'essai de 100 mg. Raccorder le réfrigérant au collecteur et chauffer à reflux pendant 30 min.

7.4.5 À la fin de la période de chauffage, laisser refroidir l'appareil et retirer le collecteur du réfrigérant. Décanter le solvant et ajouter la même quantité de solvant frais qu'en 7.4.4. Raccorder le réfrigérant au collecteur et chauffer à reflux pendant 30 min supplémentaires.

7.4.6 À la fin de la seconde période de chauffage, laisser refroidir l'appareil et retirer le collecteur du réfrigérant. Décanter le solvant et ajouter la même quantité de solvant frais qu'en 7.4.4. Raccorder le réfrigérant au collecteur et chauffer à reflux pendant 30 min supplémentaires.

7.4.7 À la fin de la troisième période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil et retirer le collecteur du réfrigérant. Verser le contenu du collecteur dans une toile métallique propre d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de la prise d'essai, afin de récupérer la prise d'essai extraite. Éliminer le solvant de façon adéquate.

Si l'on remarque que des particules passent à travers les mailles de la toile, recommencer tout le mode opératoire de 7.4.1 à 7.4.7 avec une toile mieux adaptée ou utiliser la méthode A ou B.

Si la masse de la toile est connue, les opérations de séchage et de pesée suivantes peuvent être réalisées en laissant la prise d'essai dans la toile.

7.4.8 Sécher la prise d'essai dans une étuve jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieure ou égale à 0,2 %) à une température supérieure au point d'ébullition du solvant utilisé. Une durée de séchage d'environ 1 h à 100 °C dans une étuve ventilée est généralement suffisante.

 © ISO 2009 – Tous droits réservés

ATTENTION — Pour des raisons de sécurité, tamponner légèrement la prise d'essai avec un tissu absorbant afin d'éliminer l'excès de solvant ou la sécher à l'air dans une chambre de séchage avant de la placer dans l'étuve.

Laisser refroidir la prise d'essai séchée dans un dessiccateur et la peser.

Il est recommandé de contrôler la prise d'essai séchée afin de s'assurer qu'aucune oxydation ne s'est produite.

NOTE En présence d'air, une température de séchage trop élevée peut entraîner une dégradation de la prise d'essai et affecter le résultat. L'utilisation du vide abaisse le point d'ébullition du solvant.

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Méthode A

La quantité de matériau extractible par les solvants, w_{ex1}, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation:

$$w_{ex1} = \frac{(m_2 - m_1) - (m'_2 - m'_1)}{m_0} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse du collecteur vide, en grammes;

m_2 est la masse du collecteur avec l'extrait, en grammes;

m'_1 est la masse du collecteur vide de l'essai à blanc, en grammes;

m'_2 est la masse du collecteur de l'essai à blanc après extraction, en grammes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1407:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7b5b3b6c-779c-4806-b181-
1dc0d1f7d8d5/iso-1407-2009

8.2 Méthode B

La quantité de matériau extractible par les solvants, w_{ex2}, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation:

$$w_{ex2} = \frac{m_0 - m_3}{m_0} \times 100$$

où

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

m_3 est la masse de la prise d'essai après extraction, en grammes.

8.3 Méthode C

La quantité de matériau extractible par les solvants, w_{ex3}, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation:

$$w_{ex3} = \frac{m_0 - m_4}{m_0} \times 100$$

© ISO 2009 – Tous droits réservés