
**Caoutchouc — Détermination de l'extrait
par les solvants**

Rubber — Determination of solvent extract

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1407:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1407:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Solvant	2
5 Appareillage	2
6 Préparation des éprouvettes	2
6.1 Méthodes A et B	2
6.2 Méthode C (caoutchoucs bruts uniquement)	2
6.3 Méthode D (caoutchoucs bruts uniquement)	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Généralités	4
7.2 Méthode A	4
7.3 Méthode B	5
7.4 Méthode C	5
7.5 Méthode D	6
8 Calcul et expression des résultats	7
8.1 Méthode A	7
8.2 Méthode B	8
8.3 Méthode C	8
8.4 Méthode D	8
8.5 Expression des résultats	8
9 Fidélité	8
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Solvants recommandés	10
Annexe B (informative) Fidélité	12
Annexe C (informative) Exemple de détermination du nombre minimal de cycles d'extraction pour une combinaison caoutchouc brut plus solvant d'EPDM et de 2-butanone	16
Bibliographie	18

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.

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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1407:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique avec l'ajout de la Méthode D pour les caoutchoucs bruts uniquement.

(standards.iteh.ai)

ISO 1407:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885flac/iso-1407-2011>

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.

IMPORTANT — 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 quatre méthodes pour la détermination quantitative des matériaux pouvant être extraits des caoutchoucs bruts, naturels et synthétiques; deux des méthodes s'appliquent également aux composés vulcanisés et non vulcanisés des caoutchoucs bruts.

La méthode A mesure la masse de l'extrait par les solvants, après évaporation du solvant, par rapport à la masse de la prise d'essai initiale.

La méthode B mesure la différence de masse de la prise d'essai avant et après extraction.

La méthode C, qui concerne uniquement les caoutchoucs bruts, mesure la différence de masse de la prise d'essai avant et après extraction par un solvant en ébullition.

La méthode D, qui concerne uniquement les caoutchoucs bruts, mesure la différence de masse de la prise d'essai avant et après extraction par rapport à la masse initiale de la prise d'essai.

NOTE 1 Selon la méthode d'essai employée, le conditionnement de la prise d'essai et le solvant utilisé, le résultat d'essai n'est 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 et de la nature de la matière extractible. La méthode C est toutefois plus rapide que la méthode A ou la méthode B.

NOTE 3 Les méthodes C et D ne conviennent pas si la prise d'essai se désintègre au cours de l'extraction.

NOTE 4 La méthode D est normalement utilisée pour les contrôles de production.

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

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

Une éprouvette de caoutchouc est soumise à une extraction 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 l'éprouvette après extraction et en la comparant à la masse initiale de l'éprouvette.

4 Solvant

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

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.

IMPORTANT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale consulte la fiche de données de sécurité du solvant avant son utilisation et prenne les mesures appropriées.

5 Appareillage

5.1 Balance, précise à $\pm 0,1$ mg près.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>

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.

6 Préparation des éprouvettes

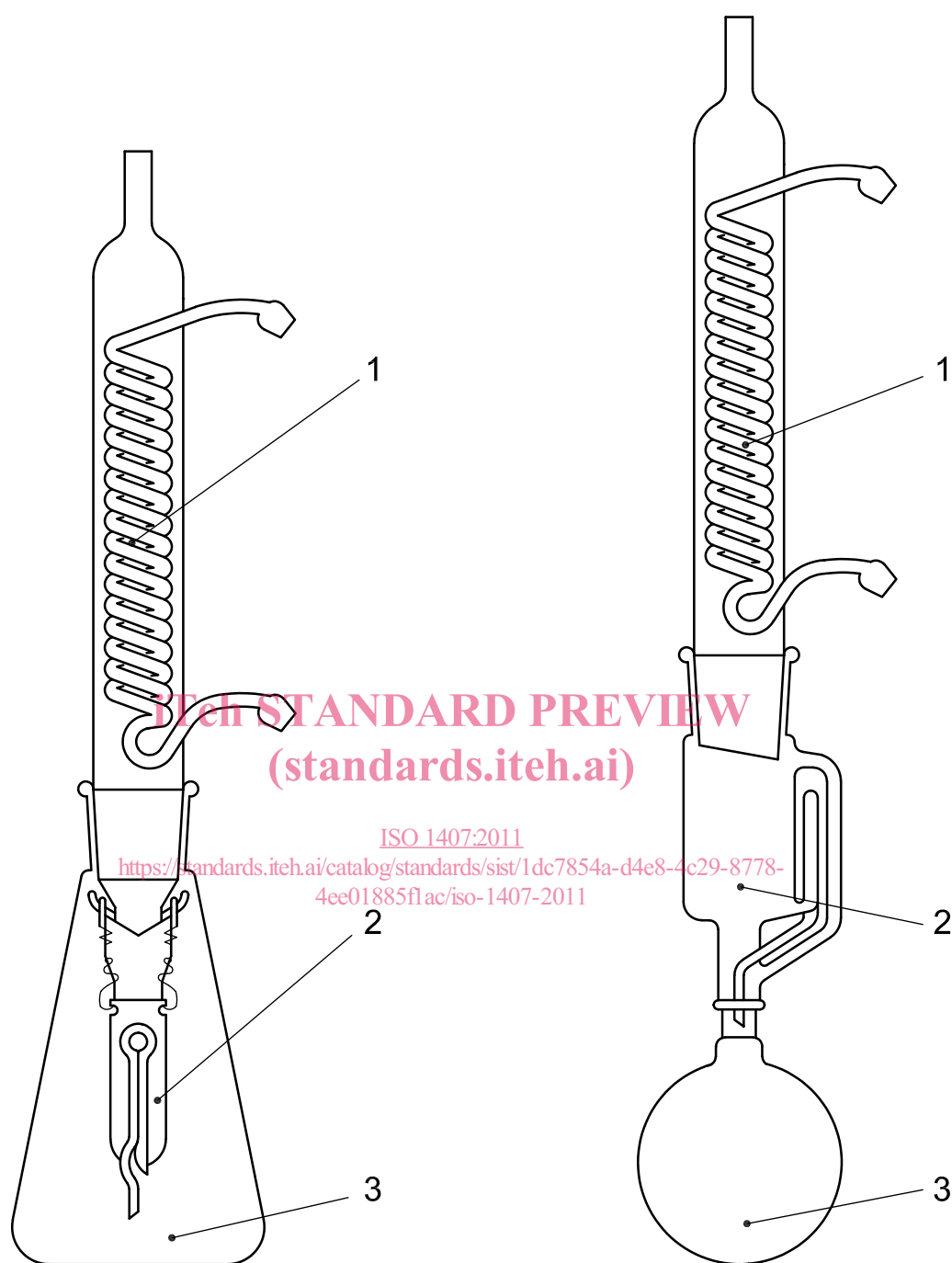
6.1 Méthodes A et B

Pour le caoutchouc brut et les composés non vulcanisés, choisir un échantillon de laboratoire conforme 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 de laboratoire conforme 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 de laboratoire, si nécessaire, afin d'obtenir des fragments de 2 mm² maximum.

6.2 Méthode C (caoutchoucs bruts uniquement)

6.2.1 Choisir un échantillon de laboratoire conforme à l'ISO 1795 et le préparer selon l'un des modes opératoires décrits en 6.2.2 ou 6.2.3.



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

Le graissage des joints rodés est déconseillé.

Figure 1 — Types d'appareils d'extraction adaptés

6.2.2 Faire passer l'échantillon de laboratoire 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 100 °C maximum.

6.2.3 Diviser l'échantillon de laboratoire pour obtenir des fragments de 2 mm² maximum.

6.3 Méthode D (caoutchoucs bruts uniquement)

Choisir un échantillon de laboratoire conforme à l'ISO 1795. Presser une éprouvette dans une toile métallique chrome-nickel et rouler la toile en forme de tube.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Réaliser les essais deux fois.

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 éprouvette (de 2 g à 5 g (m_0), selon la teneur présumée de l'extrait).

7.2.3 Placer l'éprouvette pesée dans une cartouche d'extraction en cellulose ou l'envelopper dans du papier Joseph ou dans une toile métallique d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de l'éprouvette (150 µm ou 100 mesh, par exemple). Les matériaux employés pour l'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 deux ou trois 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 est complète). Ajuster les conditions de chauffage au cours de l'extraction de sorte que le solvant se distille à une vitesse permettant de remplir la cartouche d'extraction au moins cinq fois par heure.

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.

7.2.7 Au moyen d'un évaporateur rotatif et/ou d'un équipement adapté, éliminer le solvant de l'extrait jusqu'à obtention d'une masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieur ou égal 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 l'éprouvette, mais en omettant cette dernière.

7.3 Méthode B

7.3.1 Peser, à 1 mg près, une éprouvette de 0,5 g à 5 g (m_0), selon la teneur présumée de l'extrait.

7.3.2 Placer l'éprouvette pesée dans une cartouche d'extraction en cellulose ou l'envelopper dans du papier Joseph ou dans une toile métallique d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de l'éprouvette (150 μm ou 100 mesh, par exemple). La toile métallique doit être préalablement nettoyée dans le solvant à utiliser. Placer l'éprouvette enveloppée dans le tube extracteur de l'appareil.

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

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

7.3.5 À la fin de la période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil, retirer le tube extracteur de l'appareil pour en sortir l'éprouvette. Éliminer le solvant de façon adéquate.

7.3.6 Sécher l'éprouvette dans une étuve jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieur ou égal 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 l'éprouvette 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 l'éprouvette séchée dans un dessiccateur et la peser.

Il est recommandé de vérifier que l'éprouvette séchée ne présente aucune oxydation.

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

7.4 Méthode C

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

7.4.2 Peser, à 0,1 mg près, une éprouvette de 200 mg à 600 mg (m_0), selon la teneur présumée de l'extrait.

7.4.3 Placer l'éprouvette pesée dans un collecteur de 150 ml à 300 ml

7.4.4 Ajouter environ 25 cm³ 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 d'ouverture de mailles appropriée à la nature et à la taille des fragments de l'éprouvette, afin de récupérer l'éprouvette 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 l'éprouvette dans la toile.

7.4.8 Sécher l'éprouvette dans une étuve jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieur ou égal 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 l'éprouvette 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 l'éprouvette séchée dans un dessiccateur et la peser.

Il est recommandé de contrôler l'éprouvette 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 l'éprouvette et affecter le résultat. L'utilisation du vide abaisse le point d'ébullition du solvant.

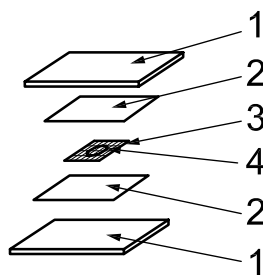
ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.5 Méthode D

7.5.1 Peser une éprouvette de 0,5 g ± 0,05 g, à 1 mg près.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-40e918850ac/iso-1407-2011>

7.5.2 Préparer le tube de toile chrome-nickel de la façon suivante.

a) Nettoyer les toiles chrome-nickel dans le solvant choisi pendant 8 h et les sécher dans une étuve maintenue à 105 °C ± 5 °C pendant 1 h. Peser la toile à 0,1 mg près (m_7) et préparer un assemblage presseur comme présenté à la Figure 2 en prenant soin que l'éprouvette soit au centre de la toile.



Légende

- 1 plaque de pression
- 2 film polyester
- 3 toile chrome-nickel
- 4 éprouvette

Figure 2 — Assemblage presseur pour la méthode D

1) Toile chrome-nickel (toile métallique), dimensions: 80 mm × 80 mm; mailles par 25,4 mm 100; taille nominale d'ouverture: 0,14 mm; diamètre de fil: 0,11 mm.

- b) Presser à $150\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 10 s à 130 kN.
- c) Retirer de la presse et laisser refroidir à température ambiante.
- d) Peser la toile et l'éprouvette à 0,1 mg près (m_5).
- e) Rouler soigneusement la toile en forme de tube.
- f) Fermer une extrémité du tube en le pliant, pour qu'il ne se déroule pas.

7.5.3 Placer le tube de toile dans l'extracteur Soxhlet.

7.5.4 Introduire 125 ml de solvant dans le tube extracteur. Puis assembler le système.

7.5.5 Réaliser l'extraction sur une durée qui permet la réalisation d'un nombre suffisant de cycles d'extraction. Le nombre de cycles d'extraction et/ou la durée d'extraction peut être différent(e) pour chaque combinaison caoutchouc brut plus solvant et l'équipement de chauffage utilisés et doit être déterminé au préalable. Voir l'exemple dans l'Annexe C pour un polymère éthylène-propylène-diène (EPDM) dans la 2-butanone.

L'extraction commence au moment où le liquide d'extraction commence à bouillir.

7.5.6 À la fin de l'extraction, arrêter le dispositif de chauffage et laisser refroidir l'appareil. Éliminer le solvant de façon adéquate.

7.5.7 Retirer le tube de toile de l'extracteur et le sécher dans une étuve jusqu'à masse constante (m_6), à une température supérieure au point d'ébullition du solvant utilisé, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives à 30 min d'intervalle soit inférieur ou égal à 0,2 %. Une durée de séchage d'environ 1 h à 100 °C dans une étuve ventilée est généralement suffisante. Refroidir le tube de toile dans un dessiccateur à température ambiante pendant $15\text{ min} \pm 1\text{ min}$.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1dc7854a-d4e8-4c29-8778-4ee01885f1ac/iso-1407-2011>

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Méthode A

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

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

où

m_0 est la masse de l'éprouvette, 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.