

---

---

**Caoutchouc brut — Détermination des  
matières volatiles —**

Partie 1:

**Méthode par mélangeage à chaud et  
méthode par étuvage**

*iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)*  
*Rubber, raw — Determination of volatile-matter content —  
Part 1: Hot-mill method and oven method*

ISO 248-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>



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

ISO 248-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Méthode par mélangeage à chaud</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Méthode par étuvage</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>7</b>
<b>8</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Choix de la méthode d'essai appropriée</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Homogénéisation</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Fidélité</b> .....	<b>10</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>13</b>

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

[ISO 248-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011>

## 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 248-1 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 première édition annule et remplace l'ISO 248:2005, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 248 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles*:

- *Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*
- *Partie 2: Méthodes thermogravimétriques utilisant un analyseur automatique avec une unité de séchage infrarouge*

# Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles —

## Partie 1:

## Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 248 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 248 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 partie de l'ISO 248 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

**1.1** La présente partie de l'ISO 248 spécifie deux méthodes pour la détermination de la teneur en matières volatiles des caoutchoucs bruts par mélangeage à chaud ou par étuvage.

**1.2** Ces méthodes sont applicables à la détermination de la teneur en matières volatiles des caoutchoucs du groupe «R» répertoriés dans l'ISO 1629. Ce sont des caoutchoucs ayant une chaîne carbonée non saturée, par exemple le caoutchouc naturel et les caoutchoucs synthétiques dérivés, au moins partiellement, de diènes conjugués. Ces méthodes peuvent également être applicables à d'autres caoutchoucs mais, dans ces cas, il est nécessaire de démontrer que la variation de masse n'est due 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 au caoutchouc naturel, aux caoutchoucs synthétiques qui sont trop difficiles à traiter par mélangeage à chaud ou aux caoutchoucs synthétiques en poudre ou en chips.

**1.4** Les méthodes d'essai n'aboutissent pas nécessairement aux mêmes résultats. Par conséquent, en cas de litige, la méthode par étuvage, mode opératoire A, est la méthode de référence.

**NOTE** L'applicabilité de chaque méthode d'essai aux différents types de caoutchouc est résumée 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 1629, *Caoutchouc et latex — Nomenclature*

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

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1795 ainsi que les suivants s'appliquent.

**3.1 prise d'essai**  
quantité de caoutchouc prélevée dans l'échantillon pour essai ou dans l'échantillon pour laboratoire pour les besoins d'un essai spécifique unique, par exemple la quantité réellement pesée et utilisée pour une détermination unique de la teneur en matières volatiles

### 4 Principe

#### 4.1 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 au cours du mélangeage est calculée et exprimée en tant que teneur en matières volatiles. Si la prise d'essai est homogénéisée conformément à l'Annexe B avant séchage, la perte de masse au cours de l'homogénéisation est incluse dans le calcul.

#### 4.2 Méthode par étuvage

Une prise d'essai est séchée dans une étuve jusqu'à obtention d'une masse constante. La perte de masse est calculée et exprimée en tant que teneur en matières volatiles. Si la prise d'essai est homogénéisée conformément à l'Annexe B avant séchage, la perte de masse au cours de l'homogénéisation est incluse dans le calcul.

### 5 Méthode par mélangeage à chaud

ISO 248-1:2011

catalog/standards/sist/156f39ab-86bd-42f0-9201-8c333b14af24/iso-248-1-2011

#### 5.1 Généralité

5.1.1 Deux modes opératoires sont spécifiés, comme suit.

- Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A: un échantillon pour essai est homogénéisé à l'aide d'un mélangeur de laboratoire, et une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé est séchée au moyen d'un mélangeur à chaud jusqu'à obtention d'une masse constante.
- Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B: une prise d'essai est séchée au moyen d'un mélangeur à chaud jusqu'à obtention d'une masse constante.

NOTE Le mode opératoire B est un mode opératoire simplifié qui ne comprend pas de phase d'homogénéisation.

5.1.2 Si l'échantillon s'écaille ou devient collant sur les cylindres du mélangeur à chaud, rendant la pesée difficile ou impossible, la méthode par étuvage doit être utilisée.

5.1.3 Le nombre de prises d'essai doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

#### 5.2 Appareillage

5.2.1 **Mélangeur**, conforme aux exigences de l'ISO 2393.

5.2.2 **Balance**, permettant de peser à 0,1 g près.

## 5.3 Mode opératoire

### 5.3.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A

**5.3.1.1** Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire, conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser à 0,1 g près, avant et après homogénéisation (masses  $m_1$  et  $m_2$ , respectivement). Découper les prises d'essai nécessaires pour les autres analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

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

**5.3.1.3** Passer plusieurs fois une prise d'essai pesée (masse  $m_3$ ), de préférence de 100 g ou plus, prélevée de l'échantillon homogénéisé, dans le mélangeur pendant 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 à nouveau la prise d'essai dans le mélangeur pendant encore 2 min et la peser à nouveau. Si les masses à la fin des périodes de 4 min et 6 min diffèrent de moins de 0,1 g, calculer la teneur en matières volatiles.

Dans le cas contraire, poursuivre le passage de la prise d'essai dans le mélangeur pendant des périodes de 2 min jusqu'à ce que la réduction de masse ne dépasse pas 0,1 g entre deux pesées successives (masse finale  $m_4$ ). Avant chaque pesée, laisser refroidir la prise d'essai à température ambiante dans un dessiccateur.

### 5.3.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B

**5.3.2.1** Prélever une prise d'essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire et la peser à 0,1 g près (masse  $m_5$ ).

**5.3.2.2** Régler l'écartement des cylindres du mélangeur à  $0,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ , en utilisant des bandes de plomb, comme spécifié dans l'ISO 2393. Maintenir la température de surface des cylindres à  $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ . Passer au moins à deux reprises la prise d'essai dans le mélangeur, puis la peser à nouveau à 0,1 g près, suivi par au moins deux autres passages dans le mélangeur, et peser à nouveau.

**5.3.2.3** Si la différence de masse de la prise d'essai, avant et après passage dans le mélangeur, est inférieure à 0,1 g, la prise d'essai est considérée comme étant bien sèche. Dans le cas contraire, poursuivre le passage de la prise d'essai dans le mélangeur deux fois jusqu'à ce que la différence de masse soit inférieure à 0,1 g (masse finale  $m_6$ ).

NOTE Le refroidissement dans un dessiccateur avant la pesée est souhaitable.

## 5.4 Expression des résultats

### 5.4.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A

La teneur en matières volatiles  $w_1$ , exprimée en fraction massique en pourcentage, est donnée par la formule:

$$w_1 = \left( 1 - \frac{m_2 \times m_4}{m_1 \times m_3} \right) \times 100$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai avant homogénéisation;

$m_2$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai après homogénéisation;

$m_3$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant passage dans le mélangeur;

$m_4$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après passage dans le mélangeur.

#### 5.4.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B

La teneur en matières volatiles  $w_2$ , exprimée en fraction massique en pourcentage, est donnée par la formule:

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100$$

où

$m_5$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant passage dans le mélangeur;

$m_6$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après passage dans le mélangeur.

## 6 Méthode par étuvage

### 6.1 Généralité

6.1.1 Deux modes opératoires sont spécifiés, comme suit.

- Méthode par étuvage, mode opératoire A: un échantillon pour essai est homogénéisé au moyen d'un mélangeur de laboratoire, et une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé est séchée dans une étuve jusqu'à obtention d'une masse constante. Si l'échantillon est sous forme de poudre, ou impossible à peser avant et après homogénéisation, une prise d'essai doit simplement être séchée, sans procéder à la phase d'homogénéisation.
- Méthode par étuvage, mode opératoire B: un échantillon pour essai est mis en feuille au moyen d'un mélangeur de laboratoire, et une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai en feuille est séchée dans une étuve pendant 1 h. Si l'échantillon est sous forme de poudre, ou difficile à faire passer dans le mélangeur, la prise d'essai doit simplement être séchée, sans procéder à la mise en feuille. Ce mode opératoire est applicable uniquement pour les caoutchoucs synthétiques, le caoutchouc naturel exigeant une homogénéisation.

6.1.2 Le nombre de prises d'essai doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

### 6.2 Appareillage

6.2.1 **Étuve**, ventilée, de préférence à circulation d'air, pouvant être maintenue à  $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ .

6.2.2 **Balance**, permettant de peser à 0,1 mg près.

6.2.3 **Mélangeur**, conforme aux exigences de l'ISO 2393.

### 6.3 Mode opératoire

#### 6.3.1 Méthode par étuvage, mode opératoire A

##### 6.3.1.1 Caoutchouc naturel

6.3.1.1.1 Prélever un échantillon pour essai d'environ 600 g à partir de l'échantillon de laboratoire conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser l'échantillon pour essai à

0,1 g près, avant et après homogénéisation (masses  $m_7$  et  $m_8$ , respectivement). Laisser refroidir à température ambiante, avant la pesée finale. Découper les prises d'essai nécessaires pour les autres analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

**6.3.1.1.2** Prélever une prise d'essai d'environ 10 g dans l'échantillon pour essai homogénéisé et la peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ).

**6.3.1.1.3** Le mélangeur étant réglé à  $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  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.

**6.3.1.1.4** Sécher la prise d'essai pendant 1 h dans l'étuve maintenue à  $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , avec aérateurs ouverts et, si elle en est équipée, ventilateurs en marche. Disposer la prise d'essai de façon à présenter la surface la plus grande possible à l'air chaud. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur et peser. Répéter le chauffage pendant 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  $m_{10}$ ).

**6.3.1.1.5** Si l'échantillon est sous forme de poudre, prélever au hasard une prise d'essai d'environ 10 g et la placer dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre afin de faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ). Sécher la prise d'essai conformément à 6.3.1.1.4 et peser à 1 mg près (masse finale  $m_{10}$ ).

### 6.3.1.2 Caoutchouc synthétique

**6.3.1.2.1** Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser l'échantillon pour essai à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses  $m_7$  et  $m_8$ , respectivement). Découper les prises d'essai nécessaires pour les autres analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

**6.3.1.2.2** Prélever une prise d'essai d'environ 10 g à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé et la peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ).

**6.3.1.2.3** Le mélangeur étant réglé à  $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  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.

**6.3.1.2.4** Si la mise en feuille est impossible, prélever une prise d'essai d'environ 10 g à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé et la découper manuellement en petits cubes de 2 mm à 5 mm de côté. Placer les cubes dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre afin de faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ).

**6.3.1.2.5** Sécher la prise d'essai conformément à 6.3.1.1.4 et peser à 1 mg près (masse finale  $m_{10}$ ).

**6.3.1.2.6** S'il est difficile de peser la prise d'essai avant et après la phase d'homogénéisation en raison de sa tendance à coller à la surface des cylindres, prélever une prise d'essai d'environ 10 g directement à partir de l'échantillon de laboratoire et la découper manuellement en petits cubes de 2 mm à 5 mm de côté. Placer les cubes dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre afin de faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ). Sécher la prise d'essai conformément à 6.3.1.1.4 et peser à 1 mg près (masse finale  $m_{10}$ ).

**6.3.1.2.7** Si l'échantillon est sous forme de poudre, prélever au hasard une prise d'essai d'environ 10 g et la placer dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre afin de faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse  $m_9$ ). Sécher la prise d'essai conformément à 6.3.1.1.4 et peser à 1 mg près (masse finale  $m_{10}$ ).

### 6.3.2 Méthode par étuvage, mode opératoire B

**6.3.2.1** Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g et le passer dans le mélangeur à cylindres, la température de surface des cylindres étant réglée à environ  $30\text{ °C}$  et l'écartement des cylindres à  $0,25\text{ mm} \pm 0,05\text{ mm}$ , afin d'obtenir une feuille mince. Prélever deux prises d'essai d'environ 50 g à partir de