

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1407

Deuxième édition
1992-05-01

Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants

iTeh STANDARD PREVIEW
Rubber — Determination of solvent extract
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2707627a-a654-4a85-82d3-63626456747f/iso-1407-1992>



Numéro de référence
ISO 1407:1992(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 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 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.

La Norme internationale ISO 1407 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 1407:1976), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants

1 Domaine d'application

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

La méthode B est une méthode à extraction rapide et, en cas de litige, la méthode A doit être utilisée.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 383:1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 1629:1987, *Caoutchouc et latex — Nomenclature*.

ISO 1795:—¹⁾, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure (Combinaison et révision de l'ISO 1795:1974 et de l'ISO 1796:1982, incorporant l'ISO/TR 2630:1978)*.

ISO 4661-2:1987, *Caoutchouc vulcanisé — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 2: Essais chimiques*.

1) À publier.

3 Principe

3.1 Méthode A

On procède à l'extraction d'une prise d'essai individuelle et pesée du caoutchouc à l'aide d'un solvant approprié dans un appareil de type Soxhlet. On fait ensuite disparaître le solvant de la solution d'extraction soit par distillation, soit par évaporation, suivie du séchage et de la pesée du résidu.

3.2 Méthode B

On procède à l'extraction d'une série de prises d'essai pesées d'un ensemble de caoutchoucs en les portant à ébullition dans un solvant approprié. On fait ensuite disparaître le solvant des caoutchoucs extraits en les tamponnant avec du papier absorbant ou du tissu absorbant et en les séchant dans une étuve, suivi du refroidissement et de la pesée des prises d'essai séparées.

NOTE 1 Pour trouver une description complète de la méthode B, détails qui sortent du cadre de la présente Norme internationale, il convient de se reporter à l'ouvrage ^[1] mentionné dans l'annexe A.

4 Limitations

4.1 Les méthodes sont applicables uniquement aux caoutchoucs répertoriés dans le tableau 1.

4.2 Les solvants préconisés pour les caoutchoucs individuels sont également répertoriés dans le tableau 1, bien que, dans certains cas, il soit préférable d'utiliser d'autres combinaisons.

Par exemple, certains alcools conviennent tout particulièrement pour l'extraction des caoutchoucs vulcanisés IR, NR et SBR lorsque l'extrait est destiné à être utilisé pour de la chromatographie en couche mince et non principalement pour la détermination quantitative des matériaux extractibles.

4.3 Il n'est pas forcément vrai que l'on obtiendra les mêmes résultats quantitatifs avec la méthode A ou la méthode B ou avec les différents solvants.

La méthode B donne généralement des résultats inférieurs à ceux obtenus avec la méthode A à cause de l'établissement d'un équilibre, en particulier si l'on utilise des prises d'essai importantes.

Tableau 1 — Solvants recommandés

Caoutchouc ¹⁾	Caoutchoucs bruts et composés non vulcanisés	Vulcanisés
IR, NR	Acétone ²⁾	Acétone ²⁾
SBR	ETA	ETA
CR	Propanol-2	Méthanol
NBR	Propanol-2	Propanol-2
IIR	Acétone ²⁾	Acétone ²⁾

1) Voir ISO 1629 pour avoir la signification des abréviations des caoutchoucs.

2) Lorsqu'on utilise de l'acétone pour l'extraction, elle peut être partiellement convertie en alcool diacétonique à haut point d'ébullition. Si l'on constate que l'évaporation du solvant se fait difficilement pendant l'étape du séchage, en raison de la présence de l'alcool diacétonique, répéter l'extraction en utilisant un solvant différent ou bien employer la méthode B.

5 Réactifs (voir aussi 4.2)

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité classiques doivent être observées lorsqu'on utilise les réactifs et les modes opératoires prescrits dans la présente Norme internationale.

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

5.1 Acétone.

5.2 Azéotrope éthanol-toluène (ETA), mélange formé de 70 volumes d'éthanol et 30 volumes de toluène.

Sécher le mélange sous reflux durant 4 h sur de l'oxyde de calcium fraîchement calciné. Distiller et conserver la fraction moyenne obtenue dans un intervalle de distillation qui ne soit pas supérieur à 1 °C. En cas d'utilisation d'éthanol absolu, le séchage sur l'oxyde de calcium peut être omis.

5.3 Propanol-2 (Isopropanol).

5.4 Méthanol.

6 Appareillage

6.1 Appareil à extraction.

NOTE 2 Trois types d'appareil à extraction sont décrits. Tout autre type d'appareil qui exécute la même fonction peut être utilisé.

- Un appareil de type 1 comprend un collecteur, un tube extracteur de Bersch et un réfrigérant comme représenté à la figure 1.
- Un appareil de type 2 comprend un collecteur de 250 cm³ de capacité, un réfrigérant et une cartouche à extraction suspendue par du fil métallique propre comme représenté à la figure 2.
- Un appareil de type 3 comprend un collecteur de 250 cm³ de capacité, un réfrigérant et un tube extracteur de Soxhlet avec bras latéral comme représenté à la figure 3. La capacité des tubes de Soxhlet est typiquement de 100 cm³ à 200 cm³. Il n'y a pas de cartouche à l'extraction.

6.2 Tête de distillation et réfrigérant (non représentés aux figures), adaptables à l'appareil en question, pour distiller le solvant après extraction.

6.3 Étuve, réglable à 100 °C ± 2 °C.

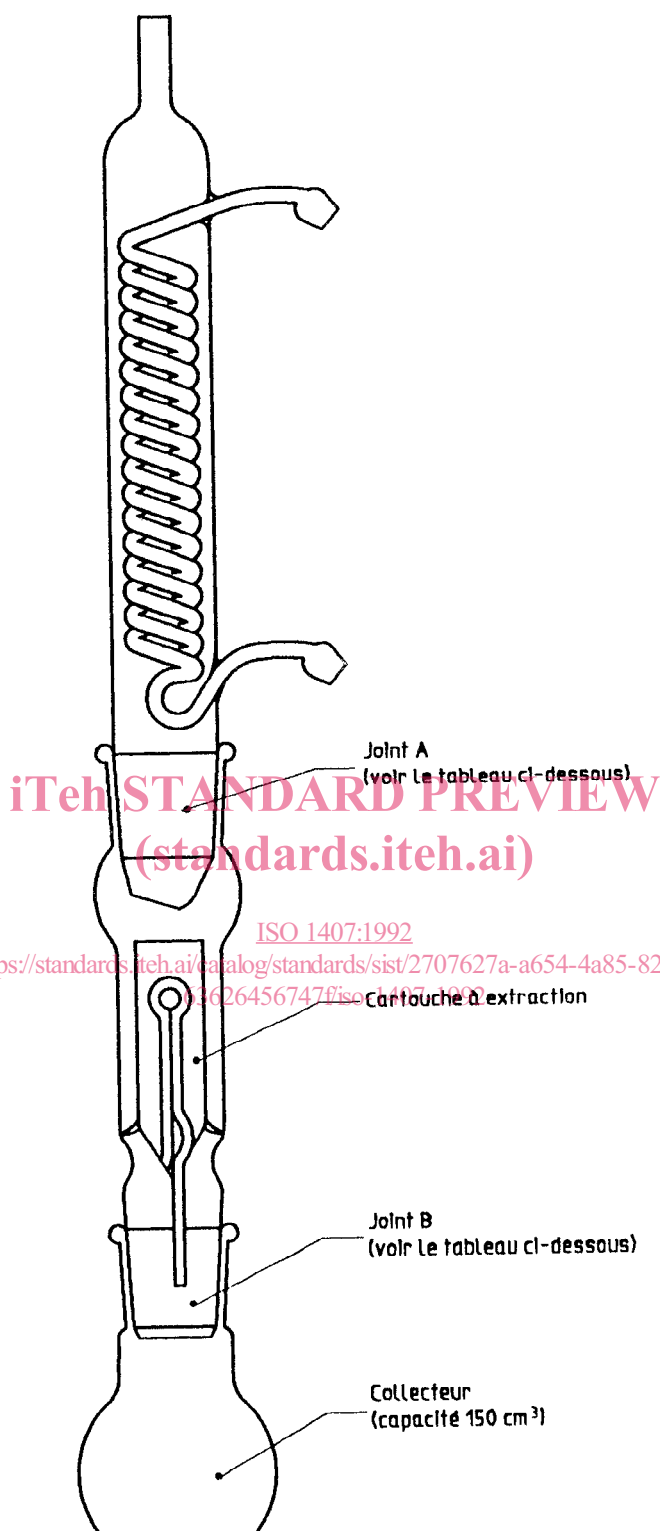
6.4 Papier filtre ou tissu filtrant de Nylon, préalablement soumis à l'extraction par le même solvant que celui utilisé pour la prise d'essai.

6.5 Tamis, de 150 µm (100 mesh) d'ouverture de mailles.

7 Échantillonnage

Pour les deux méthodes A et B, prélever un échantillon de caoutchouc brut conformément à l'ISO 1795 et le faire passer à travers les rouleaux froids d'un mélangeur de laboratoire, dont l'écartement entre ceux-ci ne dépasse pas 0,5 mm. Prélever un échantillon de caoutchouc vulcanisé conformément à l'ISO 4661-2.

NOTE 3 Les résultats peuvent différer selon la méthode de préparation de l'échantillon, qui influe sur l'aptitude du solvant à gonfler le caoutchouc et à mettre en solution des matériaux extractibles.



Capacité de la cartouche à extraction cm ³	Joint ¹⁾		Capacité du collecteur
	A	B	cm ³
15 à 30	34/35	24/29	150
50 à 60	45/40	34/35	250

1) Voir ISO 383.

Figure 1 — Appareil à extraction entièrement en verre de type 1

Dimensions en millimètres

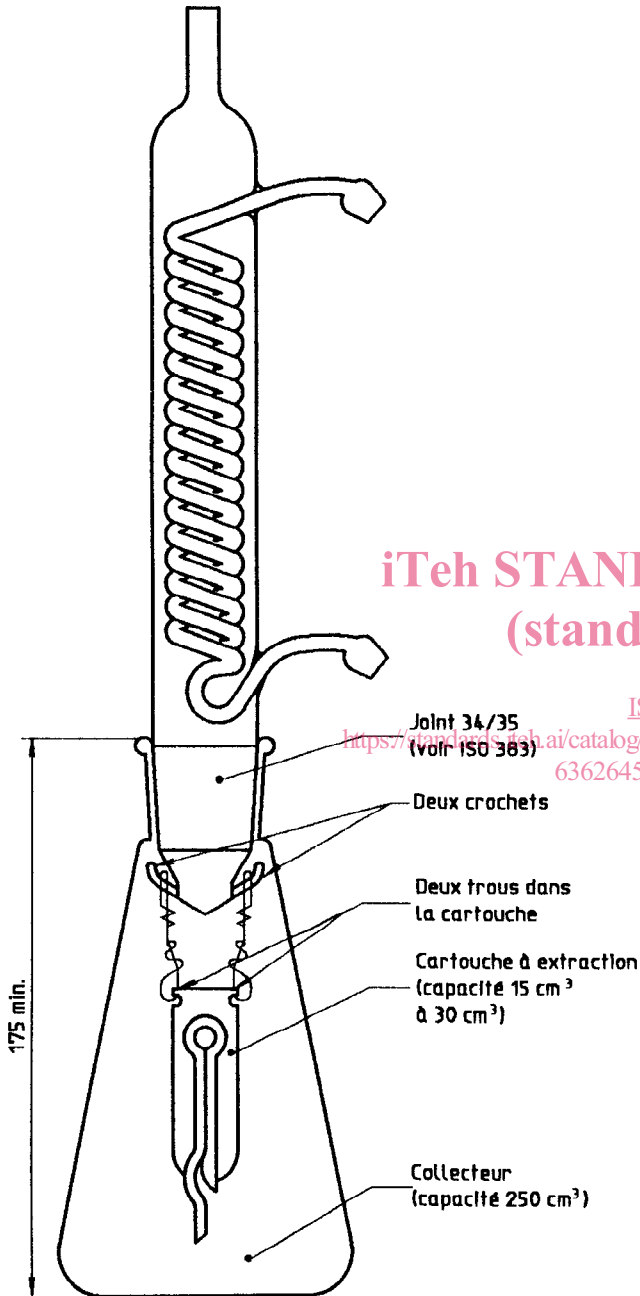


Figure 2 — Appareil à extraction entièrement en verre de type 2

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2707627a-af54-4a85-82d3-63626456747f/iso-1407-1992>

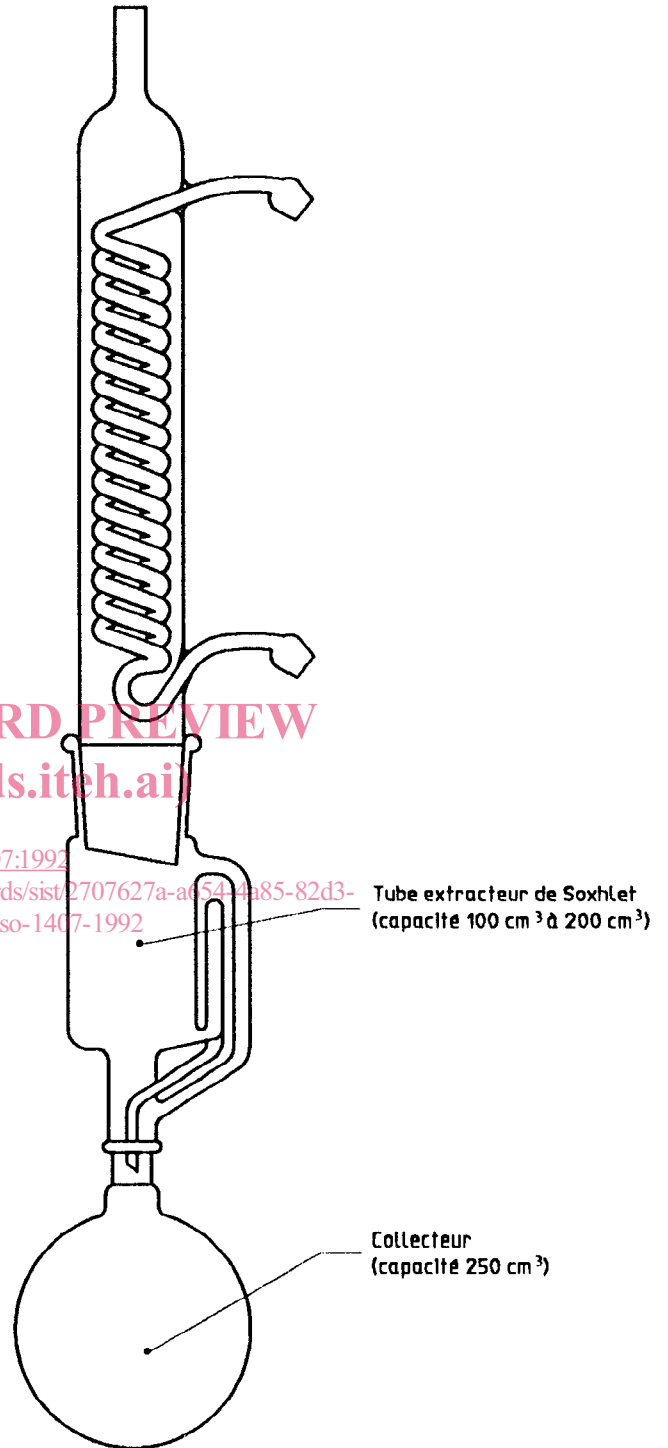


Figure 3 — Appareil à extraction entièrement en verre de type 3

8 Mode opératoire

8.1 Méthode A

8.1.1 Prélever des prises d'essai en double sur l'échantillon préparé conformément à l'article 7. Prélever une prise d'essai ayant une masse d'environ 3 g à 5 g, et la peser à 0,1 mg près (masse m_0).

8.1.2 Sécher le collecteur choisi (voir 6.1) dans l'étuve (6.3) réglée à $100\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Retirer le collecteur de l'étuve et le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante. Peser à 0,1 mg près (masse m_1).

8.1.3 Rouler la prise d'essai pesée dans du papier filtre ou un tissu filtrant de Nylon (6.4) pour former un rouleau lâche, duquel le caoutchouc ne peut s'échapper et de manière qu'il ne soit, en aucun endroit, en contact avec une autre partie de lui-même. Si la prise d'essai est sous forme de petits morceaux, faire un paquet lâche des morceaux dans le papier filtre ou le tissu filtrant de Nylon. Attacher chaque paquet pour essai avec du fil métallique propre. Placer le paquet dans l'appareil à extraction approprié (voir figures 1 à 3), régler le régime de chauffage de façon que la quantité de solvant distillé puisse remplir la cartouche à extraction 10 à 20 fois par heure et procéder à l'extraction durant $16\text{ h} \pm 0,5\text{ h}$.

8.1.4 À la fin de la période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil, retirer le tube extracteur ou le tube extracteur à siphon de Kumagawa et jeter la prise d'essai de caoutchouc, à moins qu'on en ait besoin pour d'autres essais.

8.1.5 Enlever le collecteur, installer la tête de distillation et le réfrigérant (6.2) et distiller la majorité du solvant en le recueillant dans une fiole appropriée, en gardant néanmoins une hauteur d'environ 0,5 cm de solvant dans la fiole. En variante, on peut utiliser un évaporateur rotatif. Jeter le distillat, à moins qu'on en ait besoin pour d'autres essais.

ATTENTION — Le solvant peut également être évaporé de la fiole ouverte en chauffant doucement avec le dispositif de chauffage. Ceci peut être fait uniquement lorsque les règlements locaux en matière d'hygiène et de sécurité le permettent et seulement sous une hotte à fumées bien aérée.

8.1.6 Sécher le collecteur et son contenu dans l'étuve réglée à $100\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ durant 2 h et, à la fin de cette période, retirer le collecteur de l'étuve, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près (masse m_2).

8.1.7 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 cernière. (Augmentation en masse, m_3 .)

8.2 Méthode B

8.2.1 Prélever des prises d'essai en double sur l'échantillon préparé conformément à l'article 7. Découper des prises d'essai ayant chacune une masse comprise entre 90 mg et 110 mg, en les identifiant. Peser à 0,1 mg près (masse m_4).

8.2.2 Assembler l'appareil à extraction approprié (voir figures 1 à 3) mais ne raccorder que le réfrigérant à la fiole. On n'a pas besoin de tube extracteur de Soxhlet, ni de cartouche à extraction, ni d'un tube extracteur à siphon de Kumagawa — mais uniquement du collecteur et du réfrigérant. La prise d'essai est placée directement dans le solvant.

Tout autre appareil pour faire bouillir le solvant et les prises d'essai peut être utilisé, par exemple un bécher recouvert d'un verre de montre, un bécher recouvert d'un autre bécher contenant de l'eau froide. Le volume de solvant doit être maintenu constant et on peut refaire le plein de solvant frais en cas d'évaporation.

8.2.3 Ajouter environ 25 cm^3 de solvant pour chaque prise d'essai. Utiliser un maximum de six prises d'essai dans un collecteur de 250 cm^3 de capacité et quatre prises d'essai dans un collecteur de 150 cm^3 de capacité. Sécher sous reflux durant 1 h.

8.2.4 À la fin de la période de chauffage, arrêter le dispositif de chauffage, laisser refroidir l'appareil, puis retirer le collecteur du frigérant. Verser le contenu du collecteur dans le tamis propre (6.5) de $150\text{ }\mu\text{m}$ d'ouverture de mailles, afin de récupérer les prises d'essai extraites. Jeter le solvant comme il convient.

La présence de petites particules de caoutchouc sur le tamis indique la perte d'une partie de la prise d'essai. Dans ce cas, prélever de nouvelles prises d'essai et répéter le mode opératoire.

8.2.5 Tamponner légèrement les prises d'essai extraites entre des tissus absorbants afin d'enlever l'excès de solvant et les sécher séparément dans l'étuve (6.3) réglée à $100\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ durant 30 min ou jusqu'à ce que la masse ne varie pas de plus de $\pm 0,1\text{ mg}$ sur une période de 10 min.

8.2.6 Laisser refroidir les prises d'essai dans un dessiccateur durant environ 10 min et peser chacune d'elles à 0,1 mg près (masse m_5).

9 Expression des résultats

9.1 Méthode A

Le matériau extractible par les solvants, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{m_2 - m_1 - m_3}{m_0} \times 100$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1.1);
- m_1 est la masse, en grammes, du collecteur vide (8.1.2);
- m_2 est la masse, en grammes, du collecteur avec l'extrait après séchage (8.1.6);
- m_3 est l'augmentation en masse, en grammes, du collecteur au cours de l'essai à blanc (8.1.7).

9.2 Méthode B

Le matériau extractible par les solvants, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100$$

où

- m_4 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai avant extraction (8.2.1);
- m_5 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai après extraction (8.2.6).

9.3 Résultats d'essai

Un résultat d'essai est la moyenne de deux déterminations soit pour la méthode A, soit pour la méthode B.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète du caoutchouc soumis à l'essai;
- c) mode de préparation de l'échantillon;
- d) méthode utilisée (A ou B);
- e) solvant utilisé;
- f) type de l'appareil à extraction utilisé;
- g) moyenne de deux déterminations.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1407:1992
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2707627a-a654-4a85-82d3-63626456747f/iso-1407-1992>

Annexe A
(informative)

Bibliographie

- [1] KRESS, K.E., *Rubber World*, août 1956, pp. 709-717, «Semimicro rapid reflux method for solvent extraction of rubber products».

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1407:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2707627a-a654-4a85-82d3-63626456747f/iso-1407-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2707627a-a654-4a85-82d3-63626456747f/iso-1407-1992>