
**Caoutchouc et plastiques —
Dispersion de polymères et latex de
caoutchouc — Détermination du pH**

*Rubber and plastics — Polymer dispersions and rubber latices —
Determination of pH*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 976:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 976:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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 Réactifs	1
4 Appareillage	2
5 Échantillonnage	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Généralités.....	3
6.2 Entretien de l'électrode.....	3
6.3 Étalonnage du pH-mètre.....	4
6.4 Mesurage du pH de l'échantillon d'essai.....	5
7 Expression des résultats	6
8 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité	7
Bibliographie	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 976:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df512c3354e4/iso-976-2013>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 976:1996) qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également l'ISO 976:1996/Amd.1:2006. Les principales modifications sont les suivantes:

- les références normatives ont été mises à jour;
- au paragraphe 4.2, les données relatives à un fournisseur d'électrodes combinées ont été supprimées;
- les données de fidélité ont été mises à jour.

Caoutchouc et plastiques — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc — Détermination du pH

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.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination du pH des dispersions de polymères et des latex de caoutchouc (naturels et synthétiques) à l'aide d'un pH-mètre équipé d'une électrode de référence combinée de verre et d'argent.

La méthode convient également aux latex prévulcanisés et aux mélanges à base de dispersions de polymères ou de latex de caoutchouc, y compris les adhésifs.

NOTE La précision de la méthode diminue lorsque le pH est supérieur à 11.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Réactifs

Utiliser des solutions tampons de pH connu, disponibles dans le commerce ou, à défaut de solutions tampons du commerce, préparer les solutions requises (3.1, 3.2 et 3.3) en utilisant uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée exempte de dioxyde de carbone ou de l'eau de pureté équivalente (qualité 3 telle que définie dans l'ISO 3696).

3.1 Solution tampon, pH nominal 7.

Dissoudre 3,40 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) et 3,55 g d'hydrogénophosphate disodique (Na_2HPO_4) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm³ dans une fiole jaugée.

Le pH de cette solution est de 6,87 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques.

3.2 Solution tampon, pH 4.

Dissoudre 10,21 g d'hydrogénophthalate de potassium ($\text{KOOCC}_6\text{H}_4\text{COOH}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm³ dans une fiole jaugée.

ISO 976:2013(F)

Le pH de cette solution est de 4,00 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques.

3.3 Solution tampon, pH nominal 9.

Dissoudre 3,814 g de tétraborate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm³ dans une fiole jaugée.

Le pH de cette solution, lorsqu'elle vient d'être préparée, est de 9,20 à 23 °C.

Conserver la solution dans un récipient en verre ou en polyéthylène résistant aux produits chimiques et muni d'absorbants de dioxyde de carbone. Remplacer la solution après un mois.

Les solutions tampons alcalines sont instables, elles absorbent le dioxyde de carbone de l'atmosphère. Lorsqu'une solution tampon alcaline a été utilisée pour l'étalonnage, la précision peut être vérifiée à l'aide d'une solution tampon de pH 4.

3.4 Electrolyte de référence.

Utiliser une solution de chlorure de potassium de 3 mol/l saturée en chlorure d'argent.

4 Appareillage

Utiliser un équipement courant de laboratoire, ainsi que ce qui suit.

4.1 pH-mètre, ayant une impédance d'entrée d'au moins $10^{12} \Omega$, une résolution de 0,01 unité de pH et équipé de compensation de température.

4.2 Electrode combinée, dans laquelle l'électrode de référence entoure l'électrode de verre de façon concentrique. L'électrolyte de référence (3.4) est maintenu électriquement en contact avec l'échantillon d'essai par un diaphragme chimiquement inerte, par exemple un manchon rétractable en polytétrafluoroéthylène ou en verre. Celui-ci est fourni avec l'électrode par le fabricant de l'électrode.

Une électrode combinée type est représentée à la [Figure 1](#).

L'électrode de verre utilisée doit être celle recommandée par le fabricant comme étant adaptée à la gamme de pH rencontré (0 à 14 dans le cas des latex de polychloroprène).

Le contact électrique entre l'électrolyte et l'échantillon d'essai est maintenu par l'intermédiaire d'un film mince d'électrolyte entre le manchon et l'électrode.

Les électrodes ont une fonction linéaire entre pH 0 et l'apparition de l'erreur d'alcalinité qui, en fonction de la concentration d'ion sodium, ne se manifeste, dans la plupart des cas, qu'au-dessus de pH 11.

4.3 Agitateur et barreau magnétiques.

4.4 Support d'électrode.

5 Échantillonnage

Procéder à l'échantillonnage du latex de caoutchouc ou de la dispersion de polymère conformément à l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 123 ou dans l'ISO 15528.

6 Mode opératoire

6.1 Généralités

Afin de réduire les effets d'hystérésis thermique et électrique, s'assurer que les températures des échantillons d'essai, des électrodes, de l'eau déminéralisée ou distillée utilisée pour les lavages et des solutions étalons soient aussi voisines que possible les unes des autres. Les températures des échantillons d'essai et des solutions étalons ne doivent pas différer de plus de 1 °C. La température pour la détermination est de 23 °C ± 3 °C (27 °C ± 3 °C dans les pays tropicaux).

NOTE La variation de pH dans l'intervalle de 20 °C à 30 °C est négligeable. En outre, il convient de régler le compensateur de température de l'instrument sur la température réelle.

6.2 Entretien de l'électrode

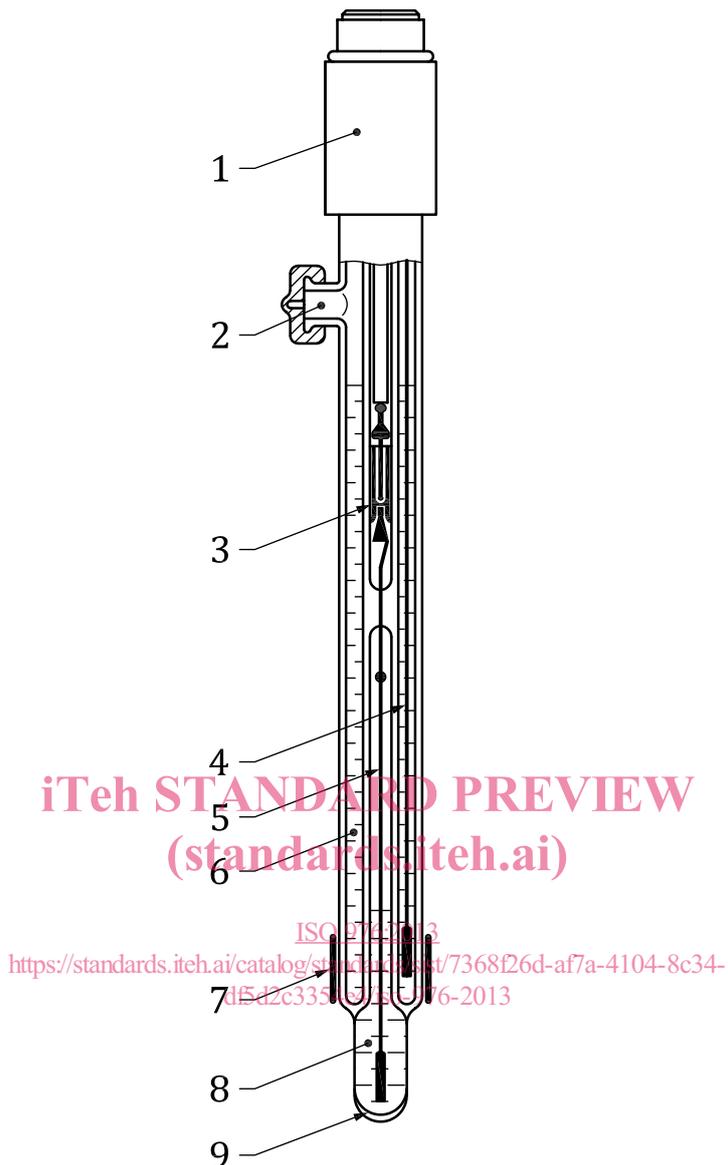
L'électrode combinée (4.2) doit être entretenue conformément aux instructions du fabricant, en portant une attention particulière aux points suivants.

- a) Refaire le plein de l'électrode en électrolyte de référence (3.4) par l'intermédiaire de l'orifice de remplissage, en enlevant au préalable le capuchon, le cas échéant. Retirer légèrement le manchon rodé pour éliminer tout dépôt de latex et faire apparaître une goutte de l'électrolyte, puis remettre le manchon en place. Avant l'étalonnage et le mesurage, retirer le capuchon de l'orifice de remplissage de l'électrolyte afin de permettre une mise à la pression atmosphérique de l'électrolyte de référence.
- b) Lorsqu'elle n'est pas utilisée, conserver l'électrode avec la jonction immergée dans l'électrolyte.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 976:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7368f26d-af7a-4104-8c34-df5d2c3354e4/iso-976-2013>



Légende

- | | | | |
|---|------------------------|---|---|
| 1 | tête enfichable | 6 | électrolyte de référence (3.4) |
| 2 | orifice de remplissage | 7 | diaphragme rode (manchon) en PTFE ou en verre |
| 3 | connexion | 8 | tampon interne |
| 4 | électrode de référence | 9 | membrane |
| 5 | électrode interne | | |

Figure 1 — Electrode combinée type

6.3 Étalonnage du pH-mètre

6.3.1 Brancher le pH-mètre (4.1) et laisser son électronique se stabiliser. Étalonner le pH-mètre conformément aux instructions de son fabricant. Sinon, procéder comme suit.

6.3.2 Choisir deux solutions tampons commerciales (voir Article 3), une solution tampon de pH 7 (c'est-à-dire à proximité du point zéro de l'électrode) et l'autre différant de la première d'environ 3 unités de pH en plus ou en moins selon le pH de l'échantillon à mesurer. À défaut de solutions tampons du commerce, utiliser les solutions appropriées préparées (3.1 et 3.2 ou 3.3).

6.3.3 Mettre en équilibre de température les solutions tampons, l'éprouvette, et l'électrode à la température spécifiée (voir [6.1](#)). Enregistrer la température et ajuster la correction de température correspondante sur le pH-mètre.

6.3.4 Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ou déminéralisée (voir [Article 3](#)), puis avec la solution tampon de pH nominal 7, en faisant couler le liquide le long de l'électrode.

6.3.5 Introduire un volume suffisant de la même solution tampon dans un récipient de mesure, propre et sec, en verre ou en plastique inerte et y plonger l'électrode en prenant soin que le niveau de l'électrolyte de référence soit plus haut d'environ 5 cm que la solution tampon à mesurer, pour éviter toute contamination de l'électrode.

Mettre sous agitation légère et attendre que l'affichage se stabilise. Régler l'indication du pH-mètre sur le pH de la solution tampon au moyen du bouton de réglage du point zéro. Retirer l'électrode et jeter la solution tampon contenue dans le récipient de mesure.

6.3.6 Rincer l'électrode avec de l'eau, puis avec la solution tampon choisie, pH 4 ([3.2](#)) ou pH 9 ([3.3](#)), comme décrit en [6.3.4](#).

Une solution tampon commerciale ayant un pH dans l'intervalle 9 à 11 peut aussi être utilisée, si elle est disponible, en lieu et place de la solution préparée de pH 9 ([3.3](#)).

6.3.7 Immerger l'électrode dans un volume suffisant de solution tampon choisie comme décrit en [6.3.5](#). Attendre que l'affichage se stabilise avant d'ajuster l'indication sur le pH de la solution tampon au moyen du bouton de réglage de la pente, mais sans toucher au réglage du point zéro.

S'assurer que la pente de l'électrode soit comprise entre $-55,6$ mV/unité de pH et $-61,5$ mV/unité de pH c'est-à-dire entre 95 % et 103 % de la valeur théorique ($-58,57$ mV/unité de pH à 23 °C).

Si la pente est en dehors de ces limites, entretenir l'électrode comme spécifié en [6.2](#).

Jeter la solution tampon contenue dans le récipient de mesure.

6.4 Mesurage du pH de l'échantillon d'essai

6.4.1 Mélanger soigneusement l'échantillon d'essai pour s'assurer qu'il soit homogène.

6.4.2 Rincer l'électrode et le récipient de mesure, d'abord à l'eau distillée ou déminéralisée, puis avec de l'échantillon d'essai, comme décrit en [6.3.4](#). Introduire un volume suffisant dans le récipient (un récipient supplémentaire, propre et sec, peut être utilisé) et y plonger l'électrode comme décrit en [6.3.5](#). Mettre sous agitation légère.

Attendre que l'affichage du pH-mètre se stabilise et enregistrer le pH.

Rincer l'électrode avec de l'eau distillée ou déminéralisée afin d'éliminer toute pellicule de latex avant qu'elle ne sèche.

6.4.3 Répéter les opérations spécifiées en [6.4.2](#) avec une nouvelle portion d'échantillon d'essai.

Si la nouvelle indication du pH-mètre ne diffère pas de la précédente de plus de 0,1 unité de pH, la détermination est terminée.

Si la mesure diffère de plus de 0,1 unité de pH, refaire deux déterminations supplémentaires après avoir procédé à toutes les vérifications nécessaires pour déceler une éventuelle cause d'erreur.

Si une série de déterminations consécutives est à réaliser, étalonner le pH-mètre conformément au [6.3](#) à intervalles de 30 min, ou plus fréquemment en fonction des variations trouvées à chaque vérification successive.