

---

---

**Caoutchouc butadiène-styrène brut —  
Détermination de la teneur en savon  
et acides organiques**

*Styrene-butadiene rubber, raw — Determination of soap and organic-  
acid content*

iTeh Standards  
(<https://standards.itih.ai>)  
Document Preview

[ISO 7781:2017](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017>



iTeh Standards  
(<https://standards.iteh.ai>)  
Document Preview

[ISO 7781:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
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>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Echantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Préparation de la solution d'essai .....	3
8.2    Méthode A — Méthode de titrage à l'aide un réactif indicateur .....	3
8.2.1    Mode opératoire pour le dosage de la teneur en savon .....	3
8.2.2    Mode opératoire pour la détermination de la teneur en acide organique .....	4
8.3    Méthode B — Méthode de titrage utilisant un titreux potentiométrique automatique .....	4
8.3.1    Mode opératoire pour la détermination de la teneur en savon .....	4
8.3.2    Mode opératoire pour la détermination de la teneur en acide organique .....	4
8.4    Méthode C — Méthode de titrage en retour utilisant un titreux potentiométrique automatique .....	4
8.4.1    Préparation .....	4
8.4.2    Mode opératoire du titrage de l'échantillon .....	6
8.4.3    Mode opératoire du titrage à blanc .....	6
8.4.4    Détermination des points d'équivalence .....	6
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>7</b>
9.1    Teneur en savon .....	7
9.2    Teneur en acide organique .....	8
<b>10</b> <b>Données de fidélité</b> .....	<b>8</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A (informative) Essai révélant la présence de résine</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe B (informative) Données de fidélité pour la méthode C</b> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>13</b>

## 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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets). L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique 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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 7781:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à la précédente édition sont les suivantes:

- ajout d'une nouvelle Méthode C ([8.4](#)) pour le titrage en retour à l'aide d'un titreux potentiométrique automatique;
- mise à jour de la Méthode B ([8.3](#)) pour la méthode de titrage à l'aide d'un titreux potentiométrique automatique;
- suppression des solutions tampons de pH 7, pH 4 et pH 9 (ancien 4.6 à 4.8);
- ajout de la pipette ([6.9](#)) et du titreux potentiométrique automatique ([6.11](#));
- mise à jour de l'expression des résultats ([Article 9](#));
- ajout des données de fidélité dans une [Annexe B](#) informative;
- ajout d'une bibliographie.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html)

**iTeh Standards**  
**(<https://standards.iteh.ai>)**  
**Document Preview**

[ISO 7781:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/e17eac3f-66c4-4f8b-b391-3282c86f3ed6/iso-7781-2017>



# Caoutchouc butadiène-styrène brut — Détermination de la teneur en savon et acides organiques

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie trois méthodes pour le dosage des savons et des acides organiques contenus dans le caoutchouc butadiène-styrène (SBR) brut.

- La Méthode A est la méthode de titrage à l'aide un réactif indicateur.
- La Méthode B est la méthode de titrage utilisant un titreux potentiométrique automatique.
- La Méthode C est la méthode de titrage en retour utilisant un titreux potentiométrique automatique.

Étant donné que les acides organiques et les savons présents dans le caoutchouc ne sont pas des composés chimiques simples, la méthode donne uniquement une valeur approximative de la teneur en savon et acide organique.

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait* <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:code:37101:1042:2017>

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

ISO 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

## 4 Principe

Une prise d'essai de quantité connue de caoutchouc, sous forme de minces bandes, est extraite à l'aide d'un azéotrope éthanol-toluène, ou, pour un caoutchouc coagulé à l'alun, à l'aide d'un mélange eau-éthanol-toluène. Après ajustement au volume étalon, une partie aliquote de l'extrait est prélevée et titrée avec un acide titré.

Avec les caoutchoucs étendus d'huile, il peut être nécessaire d'utiliser une deuxième partie aliquote de l'extrait dilué, à titre de contrôle, afin de pouvoir déterminer le changement de coloration en fin de dosage.

- Méthode A: Titrer avec un acide standard pour la détermination du savon et avec un alcali standard pour la détermination de l'acide organique à l'aide d'un réactif indicateur.
- Méthode B: Titrer avec un acide standard pour la détermination du savon et avec un alcali standard pour la détermination de l'acide organique à l'aide d'un titreux potentiométrique automatique. Le point d'équivalence du titrage est déterminé par le point d'inflexion.
- Méthode C: Titrer en retour avec un alcali standard pour la détermination du savon et de l'acide organique après ajout d'une quantité suffisante d'acide. Le point d'équivalence du titrage est déterminé par le point d'inflexion.

Pour les méthodes A et B, aucune donnée de fidélité n'est disponible. Leur fidélité n'est donc pas connue. Pour la méthode C, si la quantité de savon est très faible, il convient d'examiner attentivement l'écart-type de la mesure de la teneur en savon.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 5.1 Azéotrope éthanol-toluène (ETA).

Mélanger sept volumes d'éthanol absolu à trois volumes de toluène. Autrement, mélanger sept volumes d'éthanol de qualité commerciale à trois volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition avec de l'oxyde de calcium anhydre (chaux vive) sous reflux durant 4 h. Refroidir à température ambiante et décanter à travers un papier filtre n° 42.

### 5.2 Mélange eau-éthanol-toluène.

Mélanger 95 cm<sup>3</sup> d'ETA (5.1) et 5 cm<sup>3</sup> d'eau.

### 5.3 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , étalonnée avec précision.

### 5.4 Bleu de thymol.

Dissoudre 0,06 g de bleu de thymol dans 6,45 cm<sup>3</sup> de solution d'hydroxyde de sodium à 0,02 mol/dm<sup>3</sup> et diluer à 50 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

### 5.5 Acide chloridrique, $c(\text{HCl}) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ , étalonnée avec précision.

## 6 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire et les suivants.

### 6.1 Balance, précise à 1 mg près.

### 6.2 Plaque chauffante.

### 6.3 Fiole conique à col large, d'une capacité de 400 cm<sup>3</sup> à 500 cm<sup>3</sup>.

### 6.4 Fiole jaugée à un trait, d'une capacité de 250 cm<sup>3</sup>, conforme aux exigences de l'ISO 1042.

**6.5 Réfrigérant à reflux**, conforme aux exigences de l'ISO 4799.

**6.6 Fiole conique**, d'une capacité de 250 cm<sup>3</sup>.

NOTE En option, un extracteur Soxhlet peut être utilisé au lieu d'un condenseur à reflux et d'une fiole conique.

**6.7 Burette**, d'une capacité de 25 cm<sup>3</sup>, conforme aux exigences de l'ISO 385.

**6.8 Pipette**, d'une capacité de 100 cm<sup>3</sup>, conforme aux exigences de l'ISO 48.

**6.9 Pipette**, d'une capacité de 2 cm<sup>3</sup>, conforme aux exigences de l'ISO 648.

**6.10 Agitateur magnétique**, avec un barreau d'agitation recouvert de polytétrafluoroéthylène.

**6.11 Titreur potentiométrique automatique**, comprenant une électrode permettant de tester le pH d'une solution organique.

## 7 Echantillonnage et préparation de l'échantillon

Prélever 2 g à 6 g de caoutchouc, choisi et préparé conformément à l'ISO 1795. Découper en morceaux ne mesurant pas plus de 2 mm × 2 mm ou en bandes ne mesurant pas plus de 10 mm de long et 5 mm de large. Peser une prise d'essai d'environ 2 g à 0,001 g près.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de la solution d'essai

Placer un papier filtre circulaire au fond de la fiole conique (6.3) et ajouter 100 cm<sup>3</sup> du solvant extracteur ETA (5.1) pour tous les caoutchoucs à l'exception des caoutchoucs coagulés à l'alun. Pour ces derniers utiliser le mélange eau-éthanol-toluène (5.2).

Introduire les bandes de caoutchouc séparément dans la fiole, en agitant après chaque ajout de manière à ce que les bandes soient bien mouillées par le solvant et que le collage soit réduit au minimum.

Adapter le réfrigérant à reflux (6.5) à la fiole et porter le solvant à une très douce ébullition sous reflux pendant 1 h.

Transvaser l'extrait ainsi obtenu dans la fiole jaugée (6.4), et traiter le caoutchouc une seconde fois avec 100 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur sous reflux durant 1 h. Ajouter également cet extrait dans la fiole jaugée. Rincer ensuite les bandes trois fois successivement avec 10 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur, ajouter ces solutions de lavage dans la fiole jaugée et, après refroidissement à température ambiante, ajuster le volume final à 250 cm<sup>3</sup> avec le solvant d'extraction approprié.

En option, les bandes d'échantillon pesées peuvent être enveloppées dans du papier filtre et placées dans un tube extracteur de Soxhlet (voir Note du 6.6) et extraites à l'ETA (5.1) ou au mélange eau-éthanol-toluène (5.2) sous reflux pendant au moins 4 h.

### 8.2 Méthode A — Méthode de titrage à l'aide un réactif indicateur

#### 8.2.1 Mode opératoire pour le dosage de la teneur en savon

Après homogénéisation complète, introduire à l'aide de la pipette 100 cm<sup>3</sup> de l'extrait dilué dans la fiole conique de 250 cm<sup>3</sup> (6.6), ajouter 6 gouttes de l'indicateur au bleu de thymol (5.4) et titrer la solution avec la solution d'acide chlorhydrique (5.5) jusqu'au premier virage. ( $V_1$ ).

Effectuer un titrage à blanc sur 100 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur provenant de la même source que celui utilisé pour la prise d'essai et utiliser le même indicateur que celui utilisé pour le titrage de la prise d'essai ( $V_2$ ).

### 8.2.2 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en acide organique

Procéder exactement comme indiqué en [8.2.1](#), mais en titrant la partie aliquote avec la solution d'hydroxyde de sodium ([5.3](#)), en utilisant l'indicateur au bleu de thymol ([5.4](#)) ( $V_3$ ).

Effectuer un titrage à blanc sur 100 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur en utilisant la même méthode ( $V_4$ ).

## 8.3 Méthode B — Méthode de titrage utilisant un titreux potentiométrique automatique

### 8.3.1 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en savon

Mettre en marche le titreux potentiométrique automatique ([6.11](#)), et laisser le circuit électronique se stabiliser.

Introduire à l'aide de la pipette 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'essai dans un bécher de 250 cm<sup>3</sup> contenant un barreau d'agitation, placer ensuite le bécher sur l'agitateur magnétique ([6.10](#)). Insérer l'électrode dans la solution d'essai du bécher.

Tout en agitant, titrer la solution d'essai avec une solution d'acide chlorhydrique ([5.5](#)). Enregistrer le volume de solution d'acide chlorhydrique utilisé au point d'équivalence qui est donné comme le point d'inflexion de la courbe de titrage ( $V_1$ ).

NOTE La valeur en abscisse du point d'inflexion de la courbe de titrage est représentée comme la valeur en abscisse du point de valeur maximale de la dérivée de la courbe de titrage. Cette valeur de l'axe des x est le volume de solution d'acide chlorhydrique utilisé au point d'équivalence.

Effectuer un titrage à blanc sur 100 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur en utilisant la même méthode ( $V_2$ ).

### 8.3.2 Mode opératoire pour la détermination de la teneur en acide organique

Procéder exactement comme indiqué en [8.3.1](#), mais en titrant la partie aliquote avec la solution d'hydroxyde de sodium ([5.3](#)). Enregistrer le volume de solution d'hydroxyde de sodium utilisé au point d'équivalence qui est donné comme le point d'inflexion de la courbe de titrage ( $V_3$ ).

NOTE La valeur en abscisse du point d'inflexion de la courbe de titrage est représentée comme la valeur en abscisse du point de valeur maximale de la dérivée de la courbe de titrage. Cette valeur de l'axe des x est le volume de solution d'acide chlorhydrique utilisé au point d'équivalence.

Effectuer un titrage à blanc sur 100 cm<sup>3</sup> de solvant extracteur en utilisant la même méthode ( $V_4$ ).

## 8.4 Méthode C — Méthode de titrage en retour utilisant un titreux potentiométrique automatique

### 8.4.1 Préparation

Mettre en marche le titreux potentiométrique automatique ([6.11](#)), chasser l'air du tube de dosage et du tube de titrage du titreux. Régler les principaux paramètres en se référant au [Tableau 1](#) qui donne quelques valeurs recommandées.

NOTE L'expérimentateur peut également régler les paramètres en fonction de sa propre expérience, mais il est censé obtenir une courbe de titrage de l'échantillon similaire à la [Figure 1](#) et une courbe de titrage à blanc similaire à la [Figure 2](#).