

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2016-03-06

Vote clos le:
2016-05-06

Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés

Rubber, raw natural — Determination of dirt content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61897689-0597-4ab9-b441-bbe0138046b/iso-249-2016>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 249:2016(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/618976da-0597-4ab9-b441-bbe01f38046b/iso-249-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Réactifs	1
4 Appareillage	2
5 Mode opératoire	3
5.1 Préparation de la prise d'essai.....	3
5.2 Préparation du peptisant.....	3
5.3 Détermination.....	3
5.4 Entretien des tamis.....	5
6 Expression des résultats	6
7 Fidélité	6
8 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité	7
Annexe B (informative) Fidélité	8
Bibliographie	10

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61897600-0597-4ab9-b441-bbe0138046b/iso-249-2016>

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).

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 reçues (voir www.iso.org/patents).

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 URL suivant: [Foreword - Supplementary information](#)

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Elastomères 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 249:2014), dont elle constitue une révision mineure avec la modification suivante:

- a) la première phrase du [5.1.1](#) a été corrigée.

Caoutchouc naturel brut — Détermination de la teneur en impuretés

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 de la teneur en impuretés du caoutchouc naturel brut.

Elle n'est pas applicable aux impuretés présentes à la surface du caoutchouc par suite de contamination.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à 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 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

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

3 Réactifs

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions recommandées relatives à la santé et à la sécurité doivent être prises au cours de cette analyse, et plus particulièrement celles relatives à la manipulation des produits inflammables nécessaires. Tous les solvants doivent être exempts d'eau et d'impuretés.

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

3.1 Xylènes mélangés, intervalle de distillation 139 °C à 141 °C.

3.2 Solvant d'hydrocarbure à haute teneur en aromatiques connu sous le nom de white spirit, intervalle de distillation 155 °C à 198 °C, ou autre solvant d'hydrocarbure à point d'ébullition identique.

3.3 Pétrole léger, intervalle de distillation 60 °C à 80 °C, ou autre solvant d'hydrocarbure à point d'ébullition identique.

3.4 Toluène.

3.5 Agents peptisants du caoutchouc.

3.5.1 Xylyl mercaptan, une solution à 36 % (fraction massique) dans l'huile minérale.

3.5.2 2-mercaptobenzothiazole.

3.5.3 Disulfure de di-(2-benzamidophényle).

3.5.4 Tollyl mercaptan, une solution de 20 % à 40 % (fraction massique) dans l'huile minérale.

3.5.5 Autre agent de peptisation du caoutchouc complètement soluble.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et les suivants.

4.1 **Fiole conique**, de 250 cm³ ou 500 cm³ de capacité, munie d'un bouchon approprié; ou bécher, de 250 cm³ ou 500 cm³ de capacité, et un verre de montre de diamètre approprié comme couvercle.

4.2 **Réfrigérant à air, court**, (facultatif).

4.3 **Thermomètre**, gradué jusqu'à au moins 200 °C.

4.4 **Moyens de chauffage**, pour la fiole conique ou le bécher (4.1) et son contenu (voir 5.3.4).

Des plaques chauffantes offrant des surfaces de chauffe uniforme, ou des lampes infrarouges (250 W) sont recommandées. Les lampes infrarouges peuvent être placées par rangée, le fond de la fiole conique étant situé à environ 20 cm au-dessus des lampes. Il est recommandé de disposer d'une commande individuelle pour chaque lampe pour éviter une surchauffe localisée. En alternative, un bain de sable peut également être utilisé.

4.5 **Tamis**, de dimensions nominale d'ouverture de 44 µm à 45 µm (taille de maille 325), en toile métallique résistant à la corrosion, de préférence en acier inoxydable, conforme à l'ISO 565.

4.5.1 La toile à tamis doit être montée à l'extrémité d'un tube en métal d'environ 25 mm de diamètre et d'au moins 20 mm de longueur.

4.5.2 Le tamis doit être fabriqué de façon que la toile ne subisse aucune déformation et soit protégée contre toute détérioration accidentelle. Un appareillage approprié est représenté à la [Figure 1](#).

4.5.3 Les tamis et leurs montures peuvent également être construits en enlevant le fond d'un creuset métallique ayant les dimensions appropriées, et en soudant le tamis au creuset. Cela permet d'avoir un récipient assez grand pour la solution de caoutchouc pendant le filtrage.

4.5.4 Un tamis à grandes ouvertures peut également être soudé en dessous de la toile métallique de 44 µm à 45 µm (taille de maille 325) pour la protéger des détériorations accidentelles. Ce tamis «de protection» ne doit gêner en rien le filtrage mais seulement renforcer la toile métallique.

4.5.5 Un appareil commercial de filtrage avec toile métallique de 44 µm à 45 µm (taille de maille 325) est acceptable, à la condition qu'il puisse être utilisé comme spécifié dans la présente Norme internationale.

4.6 **Appareil à ultrasons**, pour le nettoyage de tamis (4.5) (facultatif mais souhaitable).

5 Mode opératoire

5.1 Préparation de la prise d'essai

5.1.1 Préparer un échantillon pour laboratoire homogénéisé de caoutchouc naturel brut conformément à l'ISO 1795. Prélever une quantité d'environ 30 g sur l'échantillon pour laboratoire homogénéisé et la passer deux fois entre les cylindres froids d'un mélangeur de laboratoire, l'écartement des cylindres devant être réglé à $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ à l'aide d'une lame de plomb (voir l'ISO 2393)[1].

5.1.2 Immédiatement après, peser une prise d'essai de masse comprise entre 10 g et 20 g à 0,1 g près. (Pour les caoutchoucs «propres» à faible teneur en impuretés, une prise d'essai de 20 g est recommandée. Pour les caoutchoucs très contaminés, il convient d'utiliser une prise d'essai de masse moindre.)

5.1.3 Effectuer la détermination en double.

5.2 Préparation du peptisant

5.2.1 Si l'on utilise du xylol mercaptan (3.5.1), utiliser 1 g de la solution par prise d'essai et 150 cm^3 à 230 cm^3 de solvant (3.1 ou 3.2).

5.2.2 Si l'on utilise du 2-mercaptobenzothiazole (3.5.2) ou du disulfure de di-(2-benzamidophényle) (3.5.3), en utiliser 0,5 g par prise d'essai. Préparer une solution en dissolvant 0,5 g de produit dans 200 cm^3 de solvant (3.1 ou 3.2) et filtrer tout matériau insoluble.

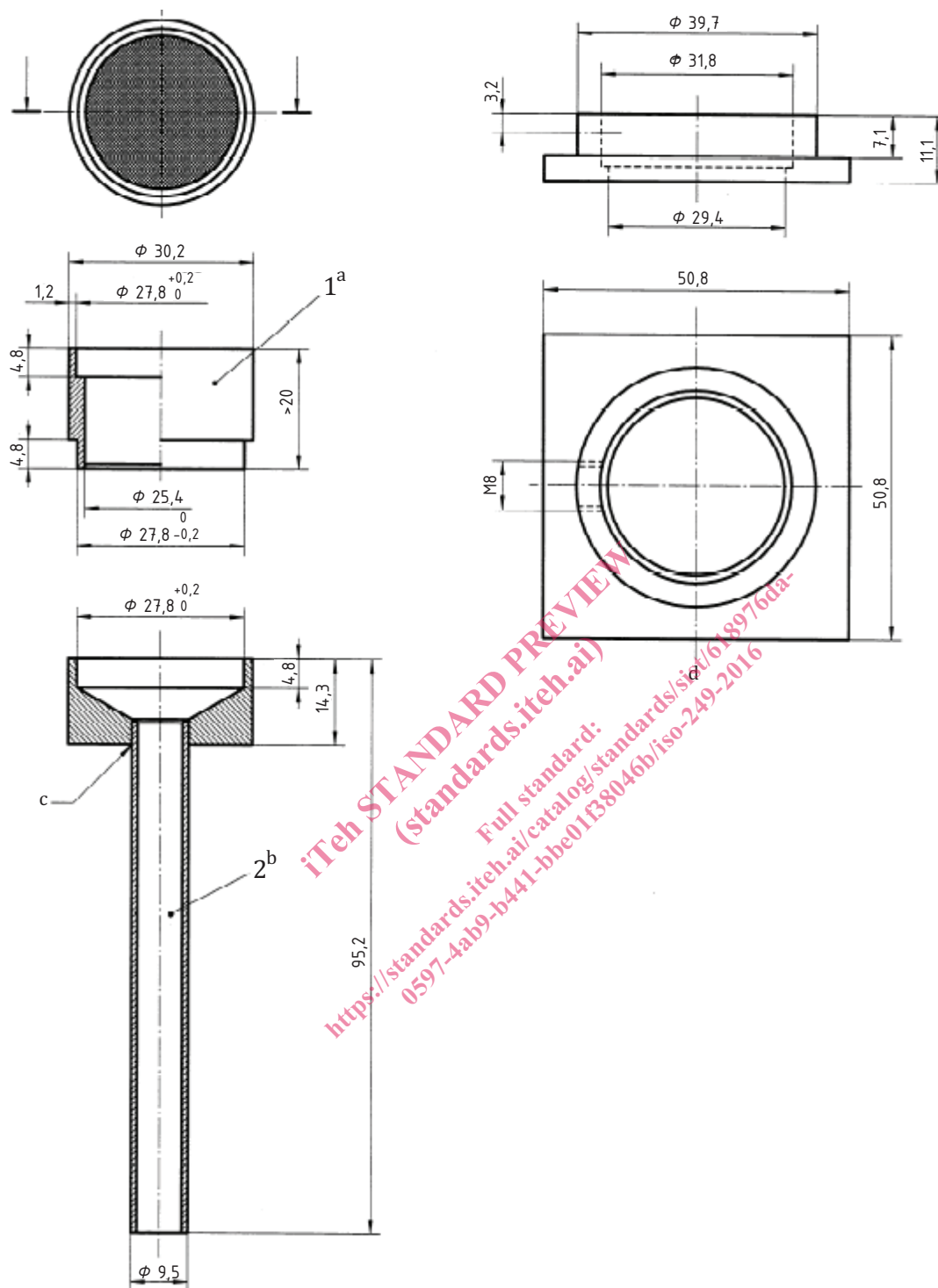
5.2.3 Si l'on utilise du tolyl mercaptan (3.5.4), utiliser 1 g à 1,5 g de la solution par prise d'essai et 200 cm^3 de solvant (3.1 ou 3.2).

5.3 Détermination

5.3.1 Introduire, dans la fiole conique ou le bécher (4.1), le solvant et un agent peptisant conformément à 5.2.1, 5.2.2, et 5.2.3.

5.3.2 Découper la prise d'essai en morceaux, d'environ 1 g chacun, et laisser tomber ces morceaux séparément dans la fiole conique ou le bécher contenant le solvant (5.3.1).

5.3.3 Chauffer la fiole ou le bécher et son contenu (voir 4.4) à une température comprise entre $125 \text{ }^\circ\text{C}$ et $130 \text{ }^\circ\text{C}$, jusqu'à obtention d'une solution homogène, ou boucher la fiole ou couvrir le bécher avec le verre de montre et laisser reposer pendant plusieurs heures à température ambiante, avant de chauffer à une température comprise entre $125 \text{ }^\circ\text{C}$ et $130 \text{ }^\circ\text{C}$. Il est possible d'utiliser le réfrigérant court à air (4.2) pendant le chauffage, afin de diminuer l'évaporation du solvant.



Légende

- 1 tamis (anneau de tamis en acier avec toile métallique soudée dessus)
- 2 monture (cylindre en acier inoxydable ou en laiton)
- a Un évidement de 1 mm autour du bord intérieur de l'extrémité supérieure et du bord extérieur de l'extrémité inférieure est réservé pour faciliter la superposition des tamis.
- b Dimensions: diamètre extérieur 30 mm, épaisseur de paroi 2 mm à 3 mm, et longueur 3 mm.
- c Braser extérieurement.
- d Monture pour l'examen du tamis.

Figure 1 — Détails de tamis et montures appropriés à la détermination des impuretés

5.3.4 Agiter la fiole ou remuer le bécher de temps en temps à la main.

L'ébullition ou bien l'excès de chauffage de la solution de caoutchouc peut provoquer la formation d'une substance semblable à un gel, laquelle rend le filtrage ultérieur difficile et entraîne une teneur apparente en impuretés plus élevée; aussi, éviter d'utiliser un appareillage et des conditions susceptibles de produire une surchauffe locale.

5.3.5 Lorsque le caoutchouc est complètement dissous et lorsque la solution est convenablement mobile, décanter la solution chaude au travers du tamis (4.5), lequel a été pesé à 0,1 mg près, en retenant la majeure partie des impuretés dans la fiole conique.

5.3.6 Laver la fiole ou le bécher et les impuretés retenues, avec du solvant (3.1 ou 3.2) chaud, jusqu'à ce que tout le caoutchouc ait entièrement disparu, en retenant encore la majeure partie des impuretés dans la fiole conique ou le bécher. (Il faut normalement utiliser environ 100 cm³ de solvant chaud pour un lavage efficace.) Pendant la dernière phase de l'opération de lavage, faire tomber les impuretés de la fiole ou du bécher sur le tamis. Détacher toute impureté adhérant à la fiole ou au bécher à l'aide d'une baguette en verre de manière à la faire tomber sur le tamis.

5.3.7 Enlever tout le caoutchouc gélifié qui ne passerait pas au travers du tamis selon l'une des méthodes suivantes:

- a) en brossant doucement le dessous du tamis avec un petit pinceau en poil de martre alors que du solvant chaud reste dans le tamis;
- b) en posant le tamis dans un bécher contenant environ 10 mm de profondeur de toluène (3.4), et en faisant bouillir doucement pendant 1 h, le bécher étant couvert avec un verre de montre.

Il convient de réaliser ces opérations de préférence sous une hotte.

5.3.8 Laver deux fois le tamis, soit avec du pétrole léger (3.3), et dans ce cas sécher à 100 °C pendant 30 min, soit avec du white spirit (3.2), et dans ce cas sécher à 100 °C pendant 1 h.

5.3.9 Il convient que les impuretés retenues sur le tamis après séchage ne soient pas être compactes et, exception faite des matières fibreuses, qu'elles puissent être facilement entraînées par écoulement. Il convient qu'elles soient facilement dégagées de la toile du tamis. Si tel n'est pas le cas, répéter le traitement avec le toluène bouillant comme en 5.3.7 b).

5.3.10 Si du caoutchouc gélifié reste encore, abandonner la détermination et effectuer une nouvelle détermination.

5.3.11 Mettre à refroidir le tamis et le résidu dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près.

5.4 Entretien des tamis

5.4.1 A toutes les phases de l'essai, manipuler le tamis avec précaution. Après chaque détermination, examiner le tamis afin de vérifier qu'il n'a pas subi de dommage, par exemple à l'aide d'un microscope, d'un rétroprojecteur (permettant de projeter une image de la toile métallique sur un écran) ou d'une loupe (X 10). En cas de déformation perceptible de la toile métallique, la remplacer par une toile neuve.

5.4.2 Après chaque détermination, enlever les impuretés libérées par un brossage effectué avec précaution. Les tamis partiellement obstrués peuvent être habituellement être nettoyés en les plongeant dans du xylène bouillant, mais le nettoyage est plus efficace avec un appareil à ultrasons (4.6). Si, en dépit de ce traitement, la toile à tamis est encore fortement obstruée et si la masse du tamis dépasse de 1 mg sa masse initiale, remplacer la toile métallique.