

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:  
**2016-05-16**

Vote clos le:  
**2016-07-16**

---

---

## Caoutchouc brut — Dosage du polystyrène séquencé — Méthode de l'ozonolyse

*Rubber, raw — Determination of block polystyrene content — Ozonolysis method*

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/621e764f-544e-4e83-8c7c-71cf3f0f574/iso-6235-2016>

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 6235:2016(F)

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/621e7ddf-544e-4e83-8c7c-71cf3f0f574/iso-6235-2016>



**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
<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>Principes</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactions</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>Préparation de l'échantillon</b> .....	<b>2</b>
7.1    Généralités.....	2
7.2    Latex.....	3
7.3    Caoutchoucs solides étendus à l'huile.....	3
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>6</b>

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

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/621e7ddf-544e-4e83-8c7c-71cf3f0f574/iso-6235-2016>

## 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](http://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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6235:1995), dont elle constitue une révision mineure avec les modifications suivantes:

- les Références normatives ont été mises à jour;
- au 7.2, le texte dans l'ISO 4655:1985, 4.4 a été inclus, car cette Norme internationale a été supprimée;
- une Bibliographie a été ajoutée.

# Caoutchouc brut — Dosage du polystyrène séquencé — Méthode de l'ozonolyse

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent 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 le dosage du polystyrène séquencé des caoutchoucs de butadiène-styrène (SBR) et des mélanges bruts de SBR séquencés avec d'autres caoutchoucs. Elle ne s'applique pas aux mélanges de SBR séquencés avec les EPDM, IIR, CSM et d'autres caoutchoucs halogénés.

La méthode est applicable aux latex bruts de même composition que celles indiquées ci-dessus et convient pour des polymères séquencés contenant de 5 % (en masse) à 100 % (en masse) de polystyrène. Les caoutchoucs à moins de 5 % (en masse) de polystyrène peuvent donner des résultats erronés sauf si un facteur de correction, basé sur les indications obtenues en travaillant avec de tels caoutchoucs, est appliqué.

La méthode est destinée à être utilisée sur des caoutchoucs sans gel, mais elle peut l'être sur des caoutchoucs avec gel s'il a été prouvé que le gel n'a pas d'effet sur les résultats obtenus.

## 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 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*

## 3 Principes

Une prise d'essai est dissoute dans le dichlorométhane et les liaisons éthyléniques présentes sont rompues par addition d'ozone. Les ozonides ainsi formés sont ensuite décomposés par une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 4 Réactions

Les réactions sur lesquelles la méthode est basée sont les suivantes:

- a) Les longs blocs de polystyrène saturés ne sont pas attaqués par l'ozone, alors que les petits fragments, formés par ozonolyse (aldéhydes et acides carboxyliques), et les fragments de polystyrène de basse masse moléculaire relative provenant de la scission dans les blocs de copolymère statistiques sont solubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.
- b) Les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative sont insolubles dans une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

- c) Il est possible de séparer les blocs de polystyrène de haute masse moléculaire relative, qui constituent les blocs d'homopolymère, des autres produits solubles avec une solution d'acide sulfurique dans le méthanol.

## 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 Dichlorométhane.

Il est essentiel que ce réactif ne contienne aucune impureté capable de réagir avec l'ozone en formant un mélange explosif.

### 5.2 Méthanol.

### 5.3 Iodure de potassium, solution à 3 % (en masse).

### 5.4 Acide sulfurique, concentré, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ .

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

Mélanger 7 volumes d'éthanol absolu avec 3 volumes de toluène. Ou en alternative, mélanger 7 volumes d'éthanol de qualité du commerce avec 3 volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition avec de l'oxyde de calcium anhydre sous reflux durant 4 h. Puis distiller l'azéotrope et recueillir la fraction ayant un intervalle de distillation ne dépassant pas  $1^\circ\text{C}$ , pour l'utiliser dans l'essai.

### 5.6 Propanol-2.

## 6 Appareillage

Utiliser du matériel courant de laboratoire, et les suivants.

### 6.1 Creusets de Gooch, en verre fritté, de porosité fine et de $20 \text{ cm}^3$ à $25 \text{ cm}^3$ de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 4793.

### 6.2 Flacons laveurs de Durand.

### 6.3 Générateur d'ozone, capable de libérer environ 2 % (V/V) d'ozone.

NOTE La concentration réelle d'ozone dépend du type de générateur utilisé.

**IMPORTANT — Afin de réduire au minimum les dangers dus à l'ozone, placer le générateur d'ozone sous une hotte.**

### 6.4 Agitateur magnétique.

### 6.5 Réfrigérant à air, si nécessaire (voir [8.8](#)).

## 7 Préparation de l'échantillon

### 7.1 Généralités

Dans tous les cas, utiliser des échantillons pour essai non homogénéisés, pris au hasard.

Ne pas passer les échantillons pour essai au mélangeur avant analyse.

## 7.2 Latex

Si l'échantillon est un latex, préparer un film sec comme suit:

Diluer 5 g de latex dans 2 cm<sup>3</sup> à 3 cm<sup>3</sup> d'eau. À l'aide d'une pipette, ajouter, sous forte agitation, le latex dilué dans 100 cm<sup>3</sup> de propanol-2 (5.6) à environ 23 °C. Laisser reposer et décanter le liquide surnageant. Agiter vigoureusement avec de l'eau pour laver le coagulum et égoutter parfaitement sur un entonnoir de Buchner. Laver abondamment avec de l'eau.

Laisser durant toute la nuit dans de l'eau froide, égoutter, puis rincer soigneusement avec du propanol-2, déchiqueter et sécher dans un récipient ouvert, sous vide, à environ 50 °C jusqu'à masse constante. Toutes les manipulations doivent être réalisées de façon à éviter toute contamination.

Utiliser une partie de ce film comme prise d'essai.

Si la prise d'essai ne peut pas être utilisée immédiatement, la stocker sous azote, dans un endroit frais et sombre.

## 7.3 Caoutchoucs solides étendus à l'huile

Pour les caoutchoucs solides étendus à l'huile, extraire avec l'ETA (5.5) à l'aide de l'appareillage spécifié dans l'ISO 1407, sécher et utiliser une partie du produit ainsi obtenu comme prise d'essai.

## 8 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT — L'ozone réagit avec les composés insaturés pour donner des ozonides. Les ozonides sont stables en solution diluée et ces solutions ne sont pas dangereuses. Toutefois, concentrés et/ou à l'état sec, les ozonides se décomposent rapidement et, dans certains cas, peuvent exploser. Les solutions concentrées d'ozonides sont aussi explosives.**

**8.1** Couper l'échantillon d'essai en petits morceaux et peser à 0,1 mg près, 0,5 g à 1,0 g de l'échantillon d'essai ainsi préparé. La quantité de prise d'essai est à choisir en fonction de la teneur présumée en polystyrène séquencé.

**8.2** Placer la prise d'essai dans un flacon laveur de Durand (6.2) et ajouter 50 cm<sup>3</sup> du dichlorométhane (5.1).

**8.3** Dissoudre la prise d'essai à environ 25 °C, en remuant de temps en temps, et raccorder l'arrivée du flacon laveur de Durand au générateur d'ozone (6.3), qui est raccordé au réservoir d'oxygène. Raccorder la sortie du flacon laveur de Durand à l'arrivée d'un autre flacon laveur de Durand qui contient 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'iodure de potassium (5.3).

Lorsque cette analyse est réalisée, éviter de laisser diminuer le volume de solvant dans le récipient où se produit la réaction.

Si le niveau du solvant baisse, arrêter immédiatement le courant d'ozone et ajouter prudemment du solvant neuf jusqu'à l'obtention du niveau initial.

**8.4** Faire passer un courant d'environ 100 cm<sup>3</sup>/min d'oxygène, contenant environ 2 % (en volume) d'ozone, dans les flacons laveurs de Durand (6.2). Arrêter le courant de gaz 15 min après l'apparition d'une teinte jaune, due à l'iode libéré de l'iodure de potassium.

Une réaction prolongée avec l'ozone pourrait provoquer le clivage des chaînes saturées de carbone. Par conséquent, une observance stricte du temps de réaction avec l'ozone, comme indiqué dans la présente Norme internationale, est obligatoire. L'utilisation de sulfure de di-n-butyle, qui réagit avec l'ozone

excédentaire, et une température de  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$  pour l'ozonolyse ont été utilisés afin de réduire le clivage des chaînes saturées de carbone<sup>[1]</sup>.

**8.5** Débrancher le flacon laveur de Durand (6.2) contenant la solution de dichlorométhane, du générateur d'ozone (6.3) et du flacon laveur de Durand contenant la solution d'iodure de potassium (5.3).

**8.6** Transvaser la solution de dichlorométhane, lentement et en agitant constamment, dans un bécher de  $600\text{ cm}^3$  contenant  $350\text{ cm}^3$  du méthanol (5.2) dans lequel ont été ajoutées cinq gouttes de l'acide sulfurique concentré (5.4). Laver le flacon laveur de Durand avec quelques centimètres cubes du dichlorométhane, et transférer le liquide de lavage dans le bécher.

**8.7** Dans la plupart des cas, le polystyrène insoluble se dépose au fond du bécher après repos pendant une nuit.

**8.8** Dans certains cas, le polystyrène insoluble ne se dépose pas facilement. Lorsque cela arrive, agiter la solution pendant une nuit au moyen de l'agitateur magnétique (6.4). Afin de s'assurer que le dichlorométhane ne s'évapore pas excessivement, placer la solution dans une fiole munie d'un réfrigérant à air (6.5).

**8.9** Si, après 24 h, le polystyrène insoluble ne se dépose pas au fond du bécher, la solution peut être centrifugée, après avoir été transvasée dans un conteneur de centrifugeuse approprié.

**8.10** Transvaser le polystyrène précipité dans un creuset de Gooch taré (6.1), à l'aide d'une tige de verre avec embout en caoutchouc. Laver abondamment le précipité avec du méthanol (5.2) pour éliminer le dichlorométhane, puis avec  $100\text{ cm}^3$  d'eau chaude pour éliminer les agents tensioactifs et les électrolytes, et finalement à nouveau avec du méthanol.

**8.11** Sécher le précipité pendant 2 h à  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter les opérations de séchage et de pesée jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

**8.12** Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon d'essai. Le résultat de l'essai est la moyenne des deux déterminations.

## 9 Expression des résultats

Calculer la teneur en polystyrène séquencé,  $C$ , exprimée en pourcentage en masse, à  $0,2\text{ }\%$  près, à l'aide de la formule suivante:

$$C = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse de la prise d'essai, en grammes;

$m_1$  est la masse du creuset de Gooch et du précipité de polystyrène séquencé, en grammes;

$m_2$  est la masse du creuset de Gooch, en grammes.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les indications suivantes:

a) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 6235:2016;



- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) les résultats individuels et la moyenne des deux résultats de chaque détermination, ainsi que les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- d) toutes caractéristiques inhabituelles relevées lors de la détermination;
- e) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que toutes opérations considérées comme facultatives;
- f) la date de l'essai.

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

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/621e7ddf-544e-4e83-8c7c-71cf3f0f574/iso-6235-2016>