

NORME INTERNATIONALE

ISO
3899

Deuxième édition
1988-12-01



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Caoutchouc — Latex de nitrile — Détermination de la teneur en acrylonitrile résiduel

Rubber — Nitrile latex — Determination of residual acrylonitrile content

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3899:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f90fe11-2b8b-4614-aede-e9172c323f4e/iso-3899-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f90fe11-2b8b-4614-aede-e9172c323f4e/iso-3899-1988>

Numéro de référence
ISO 3899: 1988 (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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3899 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3899 : 1976), dont elle constitue une révision mineure.

Caoutchouc — Latex de nitrile — Détermination de la teneur en acrylonitrile résiduel

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en acrylonitrile résiduel des latex de caoutchouc nitrile dont la teneur en acrylonitrile résiduel est inférieure à 0,2 % (*m/m*).

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 123 : 1985, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*.

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*.

3 Principe

Distillation d'une prise d'essai et recueil du distillat dans du méthanol. Ajout de *n*-dodécyl mercaptan au distillat et titrage de l'excès par une solution titrée d'iode.

4 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.

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions reconnues relatives à l'hygiène et à la sécurité doivent être prises lorsque l'on procède aux opérations indiquées dans la présente Norme internationale.

4.1 Agent antimousse à la silicone, n'affectant pas le résultat de la détermination.

4.2 Méthanol.

4.3 Propanol-2.

4.4 Mercaptan, solution à 1,25 % (*m/m*) de *n*-dodécyl mercaptan dans du propanol-2.

4.5 Hydroxyde de potassium, solution à 6 % (*m/m*) dans l'éthanol à 95 % (*V/V*). L'éthanol doit être exempt d'aldéhydes.

4.6 Acide acétique, cristallisable.

4.7 Iode, solution titrée, $c(I_2) = 0,0125 \text{ mol/dm}^3$, récemment étalonnée par rapport à une solution étalon de référence de thiosulfate de sodium.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de distillation, consistant en un ballon de distillation de 500 cm³ de capacité, une colonne de distillation, un réfrigérant vertical refroidi par eau et un collecteur de 100 cm³ de capacité muni d'un bouchon en verre traversé par un tube en verre relié au réfrigérant et un tube de sortie plus court, en verre, aboutissant dans un bécher de 50 cm³ de capacité.

5.2 Fiole jaugée à un trait, de 100 cm³ de capacité, conforme aux prescriptions de l'ISO 1042.

5.3 Fiole conique, d'au moins 250 cm³ de capacité.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'une des méthodes prescrites dans l'ISO 123.

7 Mode opératoire

7.1 Détermination

Peser 25 g ± 0,2 g de latex dans le ballon de distillation (5.1), et ajouter 100 cm³ d'eau et 1 cm³ de l'agent anti-mousse à la silicone (4.1). Verser 25 cm³ du méthanol (4.2) dans le collecteur et assembler l'appareil de distillation de sorte que l'extrémité du tube relié au réfrigérant soit immergée dans le méthanol. Verser, dans le béccher, un volume suffisant de méthanol (par exemple 10 cm³) pour immerger l'extrémité du tube de sortie. Placer le collecteur et le béccher dans de la glace.

NOTE — Le méthanol contenu dans le béccher est destiné à recueillir l'acrylonitrile qui n'a pas été dissous dans le liquide du collecteur.

Distiller en réglant l'ébullition de façon à limiter la formation de mousse et recueillir 50 cm³ de distillat dans le collecteur.

Transvaser les contenus du collecteur et du béccher dans la fiole jaugée (5.2). Rincer deux fois le réfrigérant et le collecteur avec de petites quantités (par exemple 5 cm³) de méthanol, puis verser le liquide de lavage dans la fiole jaugée. Diluer jusqu'au trait repère avec du méthanol.

Prélever, à l'aide d'une pipette, une partie aliquote de 50 cm³ du distillat dilué et la verser dans la fiole conique (5.3) contenant 25 cm³ du propanol-2 (4.3). Prelever, à l'aide d'une autre pipette, 10 cm³ de la solution de mercaptan (4.4) et les verser dans la fiole. Ajouter 1 cm³ de la solution d'hydroxyde de potassium (4.5) et laisser réagir, durant exactement 2 min, à 23 °C ± 2 °C. Ajouter 2 cm³ de l'acide acétique cristallisable (4.6) pour arrêter la réaction. Le pH doit alors être compris entre 4 et 6. Titrer avec la solution d'iode récemment étalonnée (4.7), jusqu'à virage au jaune persistant au moins 60 s. Jeter la solution d'iode restant dans la burette, sauf en cas d'emploi immédiat.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément à 7.1 mais en supprimant l'étape de distillation, en utilisant 50 cm³ d'un mélange (1 + 1) méthanol-eau.

8 Expression des résultats

La teneur en acrylonitrile résiduel, exprimée en pourcentage en masse du latex, est donnée par la formule

$$\frac{M \times 2c(V_0 - V_1)}{1\ 000} \times \frac{100}{V_2} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{20 M c (V_0 - V_1)}{m V_2}$$

où

M est la masse molaire, en grammes par mole, de l'acrylonitrile (= 53,06 g/mol);

c est la concentration réelle, exprimée en moles de I₂ par décimètre cube, de la solution d'iode (4.7);

V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'iode, utilisé pour l'essai à blanc (7.2);

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'iode, utilisé pour la détermination (7.1);

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la partie aliquote du distillat dilué (= 50 cm³);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (≈ 25 g).

Les résultats de deux déterminations doivent concorder à 0,005 % (m/m) près.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- date de l'essai;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.