

Revised
→
ISO

45

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 506

MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE L'INDICE D'ACIDE GRAS VOLATIL DU LATEX

1^{ère} ÉDITION

Octobre 1966

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 506, *Méthode de détermination de l'indice d'acide gras volatil du latex*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 45, *Caoutchouc*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (BSI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1956 et aboutirent en 1961 à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En novembre 1963, ce Projet de Recommandation ISO (N° 626) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants:

Allemagne	Espagne	Pologne
Argentine	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	U.R.S.S.
Canada	Japon	U.S.A.
Chili	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Colombie	Pays-Bas	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en octobre 1966, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE L'INDICE D'ACIDE GRAS VOLATIL DU LATEX

INTRODUCTION

La présente Recommandation ISO décrit une méthode d'essai pour doser les acides volatils (principalement l'acide acétique) existant dans le latex de caoutchouc, par distillation par entraînement à la vapeur du sérum de latex exempt de caoutchouc et par titrage acidimétrique de la quantité totale d'acides volatils distillés.

Le sérum nécessaire à la distillation est préparé en traitant le latex par un coagulant non volatil. Le coagulant que l'on doit employer de préférence est le sulfate d'ammonium, parce qu'il produit une coagulation régulière et lente lorsqu'on l'ajoute à du latex, à l'inverse des coagulants acides qui forment instantanément des grumeaux. L'emploi du sulfate d'ammonium permet d'obtenir une répartition uniforme du coagulant dans le latex avant le début de l'épaississement ou de la gélification. De plus, le sulfate d'ammonium éliminant efficacement les protéines par précipitation, son emploi évite toute erreur qui pourrait résulter de la présence de produits volatils dans le distillat à la suite de la décomposition des protéines pendant la distillation. Inversement, les acides tels que l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique ne précipitent pas complètement les protéines du sérum; si on les emploie comme coagulants, il faut leur ajouter un agent précipitant spécialement les protéines, comme par exemple l'acide phosphotungstique.

Les deux méthodes de distillation décrites sont identiques par leur principe, mais différentes par leur échelle. La Méthode 1, dans laquelle on utilise un appareillage de distillation microchimique de conception spécifiée, est la méthode à employer de préférence, car elle nécessite un temps plus court que la Méthode 2, et est plus commode pour les analyses effectuées en série. L'appareil de distillation microchimique de la Méthode 1 doit donner des résultats au moins aussi bons que ceux obtenus avec l'appareil décrit (alambic Markham); il faut remarquer cependant que certains alambics microchimiques étudiés principalement pour la distillation de l'ammoniaque ne conviennent pas comme il le faudrait à la distillation des acides gras volatils. On choisira la Méthode 2, qui nécessite seulement le matériel classique des laboratoires de chimie, lorsqu'on ne dispose pas d'un appareillage microchimique permettant d'appliquer la Méthode 1.

1. DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai est applicable au latex de caoutchouc naturel, contenant des agents de préservation et qui a subi un procédé quelconque de concentration. Cet essai ne convient pas nécessairement au latex d'origine naturelle, autre que l'*Hévéa brasiliensis*, ou pour les dispersions d'élastomères de synthèse, les mélanges à base de latex, le latex vulcanisé ou les dispersions artificielles de caoutchouc.

2. DÉFINITION

L'indice d'acide gras volatil *AGV* du latex est le nombre de grammes d'hydroxyde de potassium équivalent aux acides gras volatils dans une quantité de latex contenant 100 g de matières solides totales.

NOTE. — Si l'on ajoute au latex des substances produisant des acides volatils à la suite d'une acidification par l'acide sulfurique, l'indice d'acide gras volatil s'augmente et ne peut représenter la proportion d'acides gras volatils sans avoir subi une correction.

3. SEMI-MICRO MÉTHODE

3.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de la qualité pour analyse; utiliser de l'eau distillée toutes les fois que l'emploi d'eau est spécifié.

3.1.1 *Solution de sulfate d'ammonium* : solution aqueuse à 30 % en masse.

3.1.2 *Acide sulfurique dilué* : solution aqueuse à 50 % environ en masse.

3.1.3 *Solution d'hydroxyde de baryum 0,01 à 0,02 N* : étalonner la solution par titrage avec de l'hydrophthalate de potassium et la mettre de côté. Verser cette solution dans une burette en l'absence de gaz carbonique.

3.1.4 *Solution d'indicateur* : on peut utiliser comme indicateur le bleu de bromothymol ou la phénolphthaléine.

Le bleu de bromothymol doit être utilisé en solution à 0,5 % de l'indicateur dans de l'eau.

La phénolphthaléine doit être utilisée en solution à 0,5 % dans un mélange en quantités égales d'alcool éthylique et d'eau.

3.2 Appareillage

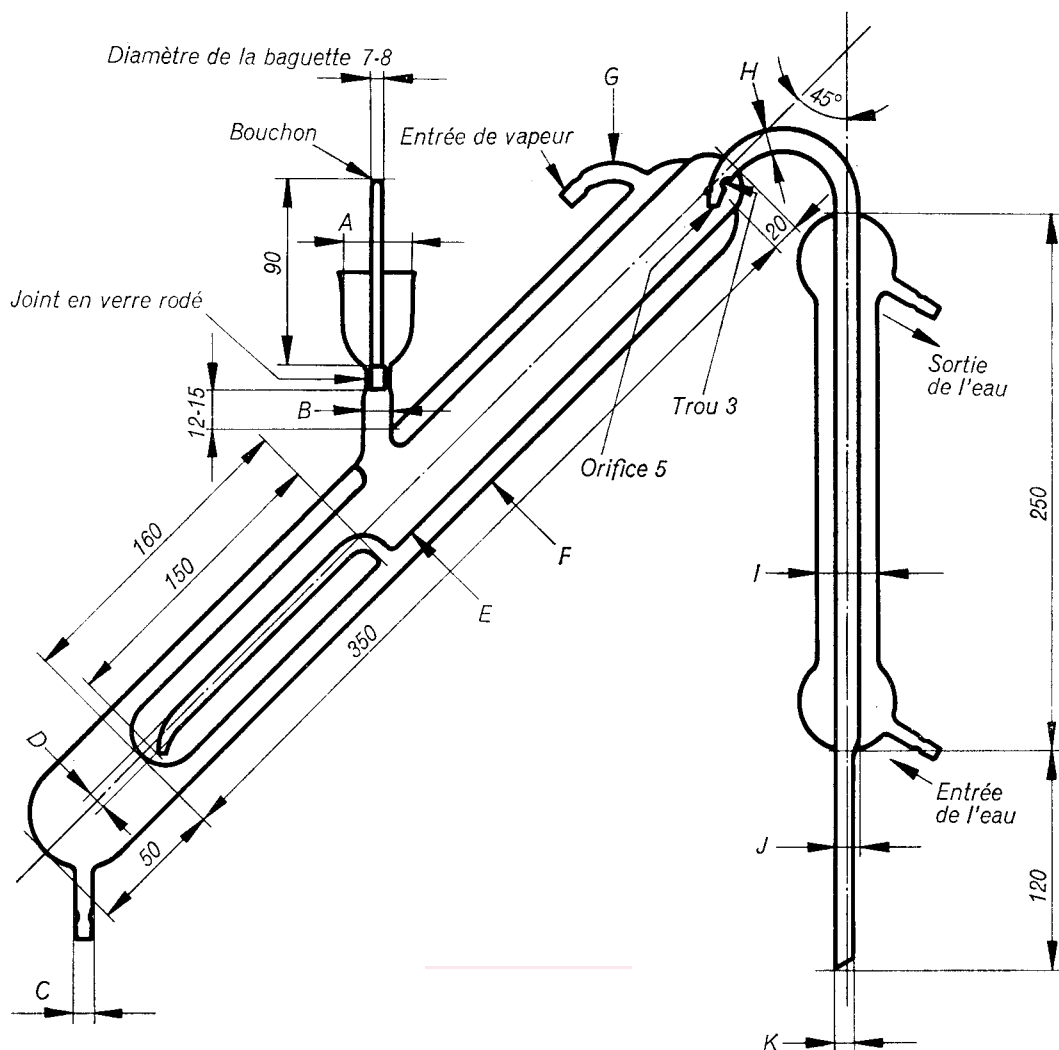
Un appareil de distillation par entraînement à la vapeur muni d'une chemise de vapeur (alambic Markham), conforme à la Figure, page 5. On peut utiliser, si on le préfère, à la place de l'appareillage en une seule pièce représenté sur cette figure, un joint en verre rodé qui peut être inséré entre le récipient de distillation et le réfrigérant.

3.3 Mode opératoire

Peser dans un bécher, à 0,1 g près, environ 50 g de latex de teneur connue en caoutchouc sec et en matières solides totales. Ajouter 50 ml de solution de sulfate d'ammonium et agiter le mélange, tout en chauffant au-dessus d'un bain-marie, jusqu'à ce que le latex s'épaississe et se coagule. Laisser reposer le bécher contenant le coagulat sur le bain-marie pendant encore 10 à 15 min. Extraire le sérum du coagulat en le pétrissant avec une baguette de verre ou un pilon et filtrer sur filtre sec. Verser 25 ml de sérum filtré dans une fiole conique sèche de 50 ml et acidifier par 5 ml d'acide sulfurique dilué.

Avec la vapeur passant dans la chemise extérieure de l'appareil (la sortie de vapeur étant ouverte), introduire à la pipette 10 ml de sérum acidifié dans le tube intérieur. Si la formation de mousse crée des difficultés, on peut ajouter une goutte d'un antimoussant à la silicone convenable. Placer une fiole conique de 150 ml sous le réfrigérant pour recevoir le distillat. Fermer partiellement la sortie de vapeur pour faire pénétrer celle-ci dans le tube intérieur. Faire passer d'abord doucement la vapeur, fermer ensuite complètement la sortie de vapeur et continuer la distillation à une vitesse d'environ 300 ml/h jusqu'à obtention d'un volume de 100 ml de distillat.

Aérer le distillat en faisant barboter un courant d'air exempt de gaz carbonique à raison de 200 à 300 ml/min pendant environ 3 min, et titrer à l'aide d'une solution d'hydroxyde de baryum.



Dimensions en millimètres

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Diamètre extérieur	29 à 32	13 à 14	9 à 10	5 à 6	25 à 27	44 à 48	9 à 10	15 à 17	20 à 22	11 à 12	9 à 10
Paroi	1 à 1,5	1 à 1,5	0,75 à 1,25	0,75 à 1,25	1 à 1,5	1 à 2	0,75 à 1,25	1,5 à 2	1 à 1,5	0,75 à 1,25	

FIGURE. — Appareil de distillation par entraînement à la vapeur (alambic Markham)

3.4 Expression des résultats

Calculer l'indice d'acide gras volatil *AGV* à l'aide de la formule suivante:

$$AGV = \frac{561 \times N \times V [50 + (100 - CSL) m/100 \rho]}{25 \times m \times ST \times 1/3}$$

- où N = normalité de la solution d'hydroxyde de baryum;
 V = volume de la solution d'hydroxyde de baryum nécessaire pour neutraliser le distillat, en millilitres;
 CSL = pourcentage du caoutchouc sec dans le latex;
 m = masse de l'échantillon, en grammes;
 ρ = masse volumique du sérum, en grammes par millilitre;
 = 1,02 g/ml pour tous les latex, excepté le latex concentré à chaud;
 ST = pourcentage de solides totaux dans le latex.

Si on le désire, on peut calculer l'indice d'acide gras volatil en pourcentage de la phase aqueuse:

$$AGV \text{ (phase aqueuse)} = \frac{AGV \times ST}{100 - ST}$$

Une différence entre les indices *AGV* donnés par des dosages répétés sur un même échantillon est sans importance,

si elle est inférieure à 0,01 unité, lorsque l'indice *AGV* réel est égal ou inférieur à 0,10 unité, ou

si elle est inférieure à 10% de l'indice *AGV* réel, lorsque l'indice *AGV* est supérieur à 0,10 unité.

4. MACRO-MÉTHODE

4.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de la qualité pour analyse; utiliser de l'eau distillée toutes les fois que l'emploi d'eau est spécifié.

4.1.1 *Solution de sulfate d'ammonium* : solution aqueuse à 30% en masse.

4.1.2 *Acide sulfurique dilué* : solution aqueuse à 50% environ en masse.

4.1.3 *Solution d'hydroxyde de baryum 0,02 N* : étalonner la solution par titrage avec de l'hydro-phtalate de potassium et le mettre de côté. Verser cette solution dans une burette en l'absence de gaz carbonique.

4.1.4 *Solution d'indicateur* : on peut utiliser comme indicateur le bleu de bromothymol ou la phénolphtaléine.

Le bleu de bromothymol doit être utilisé en solution à 0,5% de l'indicateur dans de l'eau.

La phénolphtaléine doit être utilisée en solution à 0,5% dans un mélange en quantités égales d'alcool éthylique et d'eau.

4.2 Appareillage

Un appareil de distillation par entraînement à la vapeur muni d'une fiole centrale de 500 ml à long col et d'un réfrigérant long, muni de joints en verre rodé. L'appareil ne comprend pas de purgeur de vapeur.

4.3 Mode opératoire

Peser dans un bécher, à 0,2 g près, environ 100 g de latex de teneur connue en caoutchouc sec et en matières solides totales. Ajouter 100 ml de solution de sulfate d'ammonium et agiter le mélange, tout en chauffant au-dessus d'un bain-marie, jusqu'à ce que le latex s'épaississe et se coagule. Laisser reposer le bécher contenant le coagulat sur le bain-marie pendant encore 10 à 15 min. Extraire le sérum du coagulat en le pétrissant avec une baguette de verre ou un pilon, et filtrer sur filtre sec. Détacher la fiole centrale de l'appareillage de distillation par entraînement à la vapeur, qui a été purgé de sa vapeur et y verser à l'aide d'une pipette d'abord 50 ml de filtrat, puis 10 ml d'acide sulfurique dilué. Mélanger en agitant le liquide contenu dans la fiole et envoyer un courant d'air à sa surface. Relier de nouveau la fiole centrale à l'appareil.

Distiller la solution par entraînement à la vapeur avec une faible alimentation de vapeur, et augmenter la flamme sous la fiole centrale, jusqu'à ce que le volume de liquide ne soit plus que de 35 à 40 ml, ce qui normalement demande environ 10 min. Ensuite distiller par entraînement à la vapeur à la vitesse d'environ 300 ml/h, et à volume à peu près constant, en atténuant la flamme sous la fiole centrale et en augmentant l'alimentation de vapeur. Recueillir 250 ml de distillat.

Aérer le distillat en faisant barboter un courant d'air exempt de gaz carbonique, à raison de 200 à 300 ml/min pendant environ 3 min, et titrer par de l'hydroxyde de barium 0,02 N.

4.4 Expression des résultats

Calculer l'indice d'acide gras volatil *AGV* à l'aide de la formule suivante:

$$AGV = \frac{561 \times N \times V [100 + (100 - CSL) m/100 \rho]}{50 \times m \times ST}$$

- où *N* = normalité de la solution d'hydroxyde de baryum;
V = volume de la solution d'hydroxyde de baryum nécessaire pour neutraliser le distillat, en millilitres;
CSL = pourcentage en caoutchouc sec dans le latex;
m = masse de l'échantillon, en grammes;
ρ = masse volumique du sérum, en grammes par millilitre;
 = 1,02 g/ml pour tous les latex, excepté le latex concentré à chaud;
ST = pourcentage de solides totaux dans le latex.

Si on le désire, on peut calculer l'indice d'acide gras volatil en pourcentage de la phase aqueuse:

$$AGV \text{ (phase aqueuse)} = \frac{AGV \times ST}{100 - ST}$$

Une différence entre les indices *AGV* donnés par des dosages répétés sur un même échantillon est sans importance,

si elle est inférieure à 0,01 unité, lorsque l'indice *AGV* réel est égal ou inférieur à 0,10 unité, où

si elle est inférieure à 10% de l'indice *AGV* réel, lorsque l'indice *AGV* est supérieur à 0,10 unité.