NORME INTERNATIONALE

ISO 11235

Deuxième édition
2016-01-15

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs de type sulfénamide — Méthodes d'essai

Rubber compounding ingredients — Sulfenamide accelerators — Test methods

Numéro de référence
ISO 11235:2016(F)

© ISO 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 ..... **v**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **2**

4 Détermination des propriétés physiques et chimiques **2**
4.1 Échantillonnage 2
4.2 Méthodes d'essai 2
4.3 Limite d'acceptation 3

5 Méthodes d'essai pour la pureté **3**
5.1 Méthode pour déterminer la pureté par réduction au MBT et titrage 3
5.1.1 Domaine d'application 3
5.1.2 Principe 3
5.1.3 Réactifs 3
5.1.4 Appareillage 4
5.1.5 Mode opératoire 4
5.1.6 Expression des résultats (méthodes A et B) 6
5.2 Méthode pour déterminer la pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC) 7
5.2.1 Domaine d'application 7
5.2.2 Principe 7
5.2.3 Signification et utilisation 7
5.2.4 Interférences 7
5.2.5 Réactifs et produits 7
5.2.6 Appareillage 8
5.2.7 Étalonnage et normalisation 8
5.2.8 Mode opératoire 8
5.2.9 Analyse de l'échantillon 10
5.2.10 Expression des résultats 10
5.3 Fidélité 10

6 Méthode d'essai pour les matières insolubles **11**
6.1 Domaine d'application 11
6.2 Principe 11
6.3 Signification et utilisation 11
6.4 Réactifs 11
6.5 Appareillage 11
6.6 Mode opératoire 12
6.7 Expression des résultats 13

7 Méthodes d'essai pour l'intervalle de fusion **13**
7.1 Intervalle de fusion par tube capillaire 13
7.1.1 Domaine d'application 13
7.1.2 Signification et utilisation 13
7.1.3 Limites 13
7.1.4 Appareillage 13
7.1.5 Préparation des échantillons 14
7.1.6 Mode opératoire 14
7.2 Intervalle de fusion par analyse thermique différentielle (DSC) 14
7.2.1 Domaine d'application 14
7.2.2 Signification et utilisation 15
7.2.3 Limites 15
7.2.4 Appareillage 15
7.2.5 Préparation de l'échantillon 15
7.2.6 Mode opératoire 15

© ISO 2016 – Tous droits réservés

8 Méthode d'essai pour les matières volatiles **16**
8.1 Domaine d'application 16
8.2 Principe 16
8.3 Appareillage 16
8.4 Mode opératoire 16
8.5 Expression des résultats 17
9 Méthode d'essai pour l'analyse au tamis humide **17**
9.1 Domaine d'application 17
9.2 Signification et utilisation 17
9.3 Matières 17
9.4 Appareillage 17
9.5 Mode opératoire 18
9.6 Expression des résultats 18
10 Méthode d'essai pour la détermination du taux de cendres **19**
10.1 Domaine d'application 19
10.2 Principe 19
10.3 Signification et utilisation 19
10.4 Appareillage 19
10.5 Mode opératoire 19
10.6 Expression des résultats 20
11 Rapport d'essai **20**
Annexe A (normative) **Classification et propriétés clés des accélérateurs de vulcanisation de type sulfénamide (classe 1)** **22**
Annexe B (informative) **Fidélité** **25**
Bibliographie **27**

 © ISO 2016 – Tous droits réservés

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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir 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 l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomère*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères.*

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11235:1999), qui a fait l'objet d'une révision technique:

— la méthode pour déterminer la pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC) est indiquée comme la méthode préférentielle dans le domaine d'application et dans le nouveau 5.2.1.3;

— les références normatives dans l'Article 2 et dans le texte ont été mises à jour;

— les données de fidélité du 4.2.12 ont été déplacées dans une Annexe B informative et une Bibliographie a été ajoutée.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs de type sulfénamide — Méthodes d'essai

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 les méthodes à utiliser pour l'évaluation des accélérateurs de type sulfénamide:

— MBTS*:* disulfure de mercaptobenzothiazyle;

— CBS: *N*-cyclohexylbenzothiazole-2-sulfénamide;

— TBBS: *N*-*tert*-butylbenzothiazole-2-sulfénamide;

— DIBS: *N*,*N*'-diisopropylbenzothiazole-2-sulfénamide;

— DCBS: *N*,*N*'-dicyclohexylbenzothiazole-2-sulfénamide;

— MBS: *N*-oxydiéthylènebenzothiazole-2-sulfénamide.

NOTE Bien que le MBTS ne soit pas un sulfénamide, c'est le produit de décomposition primaire de ces accélérateurs et il est déterminé quantitativement par la méthode spécifiée en 5.2.

Les méthodes analytiques sont applicables pour la plupart des accélérateurs de type sulfénamide du commerce:

— sulfénamides d'amines primaires (type I);

— sulfénamides d'amines secondaires à action non retardée (type II);

— sulfénamides d'amines secondaires à action retardée (type III).

La méthode (5.2) pour déterminer la pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC) est la méthode préférentielle.

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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

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

ISO 1772, *Creusets de laboratoire en porcelaine et en silice*

ISO 3819, *Verrerie de laboratoire — Béchers*

ISO 4788, *Verrerie de laboratoire — Éprouvettes graduées cylindriques*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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

ISO 6556, *Verrerie de laboratoire — Fioles à filtrer*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
calcul par étalon externe
<chromatographie liquide haute performance> méthode de calcul de la teneur de la substance à analyser par mesure de l'aire du pic de l'analyte, multipliée par un facteur de réponse, et divisée par la concentration de l'échantillon

Note 1 à l'article: Tous les composants sont supposés être élués à partir des composants concernés.

3.2
échantillon de lot
échantillon de production représentatif d'une unité de production courante, normalement appelé "l'échantillon"

3.3
prise d'essai
matériau réel, représentatif de l'échantillon de lot, utilisé pour une détermination particulière

4 Détermination des propriétés physiques et chimiques

4.1 Échantillonnage

L'échantillonnage du produit doit être réalisé conformément à l'ISO 15528.

Pour garantir l'homogénéité, il faut mélanger intimement au moins 250 g de l'échantillon de lot avant de prélever la prise d'essai.

4.2 Méthodes d'essai

Tableau 1 — Liste des méthodes d'essai

Propriété	Article ou paragraphe de la présente Norme internationale
Pureté par réduction au MBT et titrage	5.1
Pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC)	5.2
Matières insolubles	6
Intervalle de fusion par tube capillaire	7.1
Intervalle de fusion par analyse thermique différentielle (DSC)	7.2
Matières volatiles	8
Granulométrie au tamis humide	9
Taux de cendre	10

© ISO 2016 – Tous droits réservés