NORME INTERNATIONALE

ISO 11236

Deuxième édition
2017-08

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Antidégradants du type *p*-phénylènediamine (PPDs) — Méthodes d'essai

Rubber compounding ingredients — p-*Phenylenediamine antidegradants (PPDs) — Test methods*

Numéro de référence
ISO 11236:2017(F)

© ISO 2017



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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 Termes et définitions **1**

4 Termes abrégés **2**

5 Utilisation et classification **2**

6 Échantillonnage et déterminations répétitives **3**

7 Détermination de la pureté par chromatographie en phase gazeuse (GC) **3**
7.1 Généralités 3
7.2 Interférence 3
7.3 Appareillage 4
7.4 Étalonnage et normalisation 5
7.5 Mode opératoire 5
7.5.1 Préparation de l'échantillon 5
7.5.2 Mode opératoire A 5
7.6 Calcul 10
7.7 Fidélité et biais 10
7.8 Rapport d'essai 10

8 Détermination de la pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC) **11**
8.1 Généralité 11
8.2 Appareillage 11
8.3 Réactifs 11
8.4 Mode opératoire 12
8.5 Calculs 14
8.6 Fidélité et biais 14
8.7 Rapport d'essai 14

9 Détermination de la teneur en cendres **15**
9.1 Généralités 15
9.2 Appareillage 15
9.3 Mode opératoire 15
9.4 Calcul 16
9.5 Fidélité et biais 16
9.6 Rapport d'essai 16

10 Détermination de la teneur en matières volatiles **16**
10.1 Généralités 16
10.2 Appareillage 16
10.3 Préparation de l'échantillon 17
10.4 Mode opératoire 17
10.5 Calcul 17
10.6 Fidélité et biais 17
10.7 Rapport d'essai 17

Annexe A (informative) **Fidélité et biais** **19**

Bibliographie **22**

© ISO 2017 – 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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11236:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 11236:2000/Cor.1:2006.

Les principales modifications comparées à l'édition précédente sont les suivantes:

— suppression du DTPD (*N*,*N*′-ditolyl-*p*-phénylènediamine) qui est largement reconnu comme dangereux pour la santé et l'environnement;

— transfert dans une Annexe A informative de la fidélité et du biais pour la détermination de la pureté par chromatographie en phase gazeuse par le mode opératoire A, pour la détermination du taux de cendre et pour la détermination de la teneur en matières volatiles;

— ajout d'une Bibliographie.

 © ISO 2017 – Tous droits réservés

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Antidégradants du type *p*-phénylènediamine (PPDs) — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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

Le présent document s'applique à une variété d'agents protecteurs du type *p*-phénylènediamine (PPDs) substitués utilisés dans l'industrie du caoutchouc. Les trois groupes généraux de PPD sont les dialkyles, les alkylaryles et les diaryles dont l'utilisation permet d'améliorer la résistance du caoutchouc à l'ozone.

Le présent document spécifie les méthodes d'essai les plus significatives pour évaluer la pureté des PPDs de production, et de ce fait leur aptitude à l'emploi dans le caoutchouc. Elles sont spécifiées comme suit dans le présent document:

— détermination de la pureté par chromatographie en phase gazeuse (GC);

— détermination de la pureté par chromatographie liquide haute performance (HPLC);

— détermination de la teneur en cendres;

— détermination de la teneur en matières volatiles.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. 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 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

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

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse http://www.electropedia.org/

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse http://www.iso.org/obp

3.1
normalisation d'aire
méthode de calcul de la teneur en pourcentage exprimée par le rapport de l'aire du pic de chaque constituant observé sur un chromatogramme à l'aire totale des pics de tous les constituants observés

© ISO 2017 – Tous droits réservés

3.2
échantillon de lot
échantillon de production représentatif d'une unité de production normale

3.3
prise d'essai
matériau réel utilisé pour l'analyse

Note 1 à l'article: La prise d'essai doit être représentative de l'échantillon de lot.

4 Termes abrégés

PPDs agents protecteurs du type *p*-phénylènediamine substitués

Les abréviations suivantes, issues de l'ISO 6472, sont utilisées dans le texte.

77PD *N,N'*-bis(1,4-diméthylpentyl)-*p*-phénylènediamine

IPPD *N*-isopropyl-*N'*-phényl-*p*- phénylènediamine

6PPD *N*-(1,3-diméthylbutyl)-*N'*-phényl-*p*- phénylènediamine

5 Utilisation et classification

Les PPDs représentent le principal additif utilisé dans les pneumatiques et autres produits mécaniques en caoutchouc afin d'assurer une protection contre l'ozone et d'améliorer la résistance à la fissuration par fatigue. Les PPDs sont également utilisés comme antioxydants dans un certain nombre d'applications.

Bien que tous les PPDs présentent des caractéristiques similaires au niveau des performances, des types particuliers sont fréquemment utilisés dans certaines conditions d'utilisation finale, par exemple le type et le degré de flexion auxquels est soumis le produit en caoutchouc.

Les PPDs sont classés selon les trois types suivants:

a) Type I: PPD *N,N'*-dialkyl (voir Figure 1)

   R et R' sont des groupes alkyl secondaires, généralement avec C_6, ou plus. Ces produits sont généralement liquides aux conditions ambiantes et sont composés pour la plus grande part (>90 %) d'un seul constituant chimique.

b) Type II: PPD *N*-alkyl-*N'*-aryl (voir Figure 2)

   R est un groupe alkyl secondaire et R' est un substituant aryl (en général phényl). Ces produits sont généralement composés d'un seul constituant ou d'un mélange contenant au moins deux constituants majeurs (principalement des isomères).

c) Type III: PPD *N,N'*-diaryl (voir Figure 3)

   R et R' peuvent être des groupes aryl identiques ou différents (en général phényl ou *p*-tolyl) et peuvent être des constituants isolés ou des mélanges d'au moins trois isomères. Ce type de PPDs est généralement solide aux conditions ambiantes.

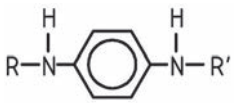


Figure 1 — Type I: *p*-phénylènediamines *N,N'*-dialkyl

© ISO 2017 – Tous droits réservés