
Norme internationale



4650

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

Caoutchouc — Identification — Méthode spectrométrique dans l'infrarouge

Rubber — Identification — Infra-red spectrometric method

Première édition — 1984-05-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4650:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4fae65a-93e2-456d-a014-d44de2499e8a/iso-4650-1984>

CDU 678.4 : 543.422.4

Réf. n° : ISO 4650-1984 (F)

Descripteurs : caoutchouc, polymère, mode d'identification, analyse chimique, méthode spectrophotométrique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 4650 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 4650:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4fac65a-93e2-456d-a014-d44de7400-8/iso-4650-1984>

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Sri Lanka
Autriche	Inde	Suède
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Malaisie	Thaïlande
Chine	Nouvelle-Zélande	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	USA

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Caoutchouc — Identification — Méthode spectrométrique dans l'infrarouge

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode d'identification des polymères de caoutchouc, basée sur l'examen spectrométrique en rayonnement infrarouge à la fois des produits de pyrolyse (pyrolisats) et des feuilles minces coulées à partir des solutions. Des spectres typiques sont présentés dans l'annexe.

La méthode n'embrasse pas la spectrophotométrie en rayonnement infrarouge par réflexion totale atténuée.

1.2 Le principe de la méthode implique que la préparation des échantillons ainsi que la préparation et l'analyse des spectres soient effectuées par un personnel expérimenté et que, pour l'obtention des spectres, l'équipement soit utilisé, selon les instructions du fabricant, en vue d'obtenir les meilleures performances. Aucun détail pour la manipulation des spectromètres n'est, cependant, indiqué dans la présente Norme internationale.

1.3 La méthode spécifiée ne permet pas des analyses quantitatives.

2 Domaine d'application

2.1 Généralités

La méthode est applicable aux caoutchoucs à l'état brut et, lorsqu'ils sont sous forme de mélange, à l'état vulcanisé et à l'état non vulcanisé. La méthode est applicable aux types de caoutchoucs suivants, se trouvant seuls ou en mélanges binaires quand la teneur du composant en plus faible proportion n'est, en général, pas moins de 20 % (*m/m*) dans le mélange. (Voir les exceptions en 2.2.)

NOTE — Une extension de cette méthode à d'autres polymères non couverts actuellement est en cours d'étude.

2.1.1 Caoutchoucs isoprène

2.1.1.1 Le caoutchouc naturel, le polyisoprène synthétique, la gutta percha et le balata sont inclus sous la rubrique 2.1.1.

2.1.1.2 L'examen du pyrolysat ne permet pas de distinguer les différentes formes de polyisoprène.

2.1.1.3 L'examen d'une feuille mince permet de distinguer le *cis*-polyisoprène naturel ou synthétique des balata, gutta percha et *trans*-polyisoprènes synthétiques.

2.1.1.4 La méthode ne permet pas de distinguer le caoutchouc naturel des *cis*-polyisoprènes synthétiques.

2.1.1.5 La méthode ne permet pas de distinguer la balata et la gutta percha des *trans*-polyisoprènes synthétiques.

2.1.2 Caoutchoucs styrène-butadiène

2.1.2.1 Dans le cadre de la présente Norme internationale, tous les copolymères statistiques du styrène-butadiène et leurs formes étendues à l'huile sont inclus sous la rubrique 2.1.2.

2.1.2.2 L'examen du pyrolysat ne permet pas de distinguer les caoutchoucs polymérisés en émulsion de ceux qui sont polymérisés en solution.

2.1.2.3 L'examen du pyrolysate ou d'une feuille mince permet de donner quelques indications sur la proportion des monomeres et le systeme de polymerisation.

2.1.3 Caoutchoucs butadiene-acrylonitrile

2.1.3.1 L'examen du pyrolysate ne permet pas de mesurer une proportion d'acrylonitrile par rapport au butadiene.

2.1.3.2 L'examen du pyrolysate ou d'une feuille mince permet de donner quelques indications sur la teneur en acrylonitrile.

2.1.4 Caoutchoucs chloroprène

Cette methode ne permet pas de distinguer les differents types de caoutchoucs chloroprène.

2.1.5 Caoutchoucs isobutene-isoprène (caoutchoucs butyl)

Cette methode ne permet pas de distinguer le caoutchouc butyl de ses formes halogenees.

2.1.6 Caoutchoucs *cis*-polybutadiene à haute teneur (en *cis*)

2.1.6.1 L'examen du pyrolysate ne permet pas de distinguer les caoutchoucs polybutadiene ayant des proportions differentes d'isomere.

2.1.6.2 L'examen d'une feuille mince permet de donner quelques indications sur la proportion des isomeres et sur la proportion des monomeres.

2.1.7 Caoutchoucs ethylene-propylene

Cette methode ne permet ni de distinguer des caoutchoucs ayant des proportions differentes d'ethylene et de propylene, ni de distinguer les copolymeres des terpolymeres.

2.1.8 Caoutchoucs polyethylene chlorosulfonés

Cette methode ne permet pas de distinguer les differents types de caoutchouc polyethylene chlorosulfonés.

2.2 Exceptions pour des melanges

2.2.1 L'analyse d'un melange de caoutchouc naturel et/ou de polyisoprène synthétique (20 %) et de chloroprène (80 %) peut presenter des difficultes, et l'identification du composant en plus faible proportion ne peut être realisee que si sa teneur est au moins egale à 30 % dans le melange.

2.2.2 L'analyse d'un melange de caoutchouc styrene-butadiene (80 %) et de caoutchouc *cis*-polybutadiene (20 %) à haute teneur (en *cis*) peut presenter des difficultes, et l'identification du composant en plus faible proportion ne peut être realisee que si sa teneur est au moins egale à 30 % dans le

melange. Un melange de caoutchouc styrene-butadiene et de caoutchouc polybutadiene peut donner un spectre impossible à distinguer de celui d'un caoutchouc styrene-butadiene ayant une faible teneur en styrene.

2.2.3 L'analyse d'un melange de caoutchouc ethylene-propylene et d'autres caoutchoucs presente des difficultes lorsque sa teneur en ethylene-propylene est inferieure à 40 %.

2.3 Cas difficiles

En cas de difficultes, l'examen spectrometrique en rayonnement infrarouge des produits gazeux des pyrolysates permet de donner quelques indications complementaires.

2.4 Spectres de reference

Les tables d'absorptions caracteristiques et les spectres de reference, pour les caoutchoucs repertories en 2.1, sont donnes dans l'annexe.

3 Reference

ISO 1407, *Caoutchouc — Determination de l'extrait par les solvants.*

4 Principe

4.1 Identification à partir de pyrolysats

4.1.1 Une petite quantite de caoutchouc, extraite et sechee, est pyrolysee dans un courant d'azote, dans un tube à essais maintenu dans un petit four électrique thermostaté à 550 ± 25 °C (methode preferentielle), ou, en variante, rapidement pyrolysee dans un petit tube à essais maintenu dans la zone chaude d'une flamme de gaz.

4.1.2 Un essai d'identification de l'halogene est realise au cours de la pyrolyse.

4.1.3 Quelques gouttes du pyrolysate sont placees sur une lamelle de sel, et un spectre en rayonnement infrarouge est enregistre dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm (limites de nombres d'onde de 4 000 à 667 cm^{-1}).

4.1.4 Le caoutchouc, qu'il soit à l'etat brut ou à l'etat vulcanise, est identifie par comparaison avec les spectres de reference et par reference à une table d'absorptions caracteristiques (absorptions significatives exprimees en frequence ou en longueur d'onde).

4.1.5 Chaque laboratoire utilisant la presente Norme internationale doit preparer des spectres de tous les caoutchoucs qu'il est susceptible d'avoir à identifier. Ces spectres doivent être prepares de la meme maniere, en utilisant le meme appareillage que celui qui sera utilise pour des echantillons inconnus.

4.2 Identification des vulcanisats à partir de feuilles minces coulées à partir des solutions

Deux méthodes au choix sont décrites.

4.2.1 Une petite quantité de caoutchouc, extraite et séchée, est dissoute dans du dichloro-1,2 benzène, puis filtrée. Une pellicule est coulée sur une lamelle de sel et son spectre en rayonnement infrarouge est enregistré dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm . Le caoutchouc est identifié comme spécifié en 4.1.4.

4.2.2 Une petite quantité de caoutchouc, extraite et séchée, est soumise à une dégradation thermique modérée à 200 ± 5 °C durant un temps court. L'échantillon dégradé est dissous dans du trichloro-1,1,1 éthane, puis dans du dichlorométhane. Une pellicule est coulée sur une lamelle de sel et son spectre en rayonnement infrarouge est enregistré dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm . Le caoutchouc est identifié comme spécifié en 4.1.4.

4.3 Identification des caoutchoucs à l'état brut à partir de feuilles minces coulées à partir des solutions

Une petite quantité de caoutchouc, extraite et séchée, est dissoute dans le dichlorométhane puis filtrée. Une pellicule est coulée sur une lamelle de sel et son spectre en rayonnement infrarouge est enregistré dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm . Le caoutchouc est identifié comme spécifié en 4.1.4.

5 Réactifs

Prendre toutes les précautions d'hygiène et de sécurité reconnues en effectuant les opérations des modes opératoires. Effectuer toutes les évaporations sous une hotte ventilée.

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 Azote, en bouteille sous pression.

5.2 Solvants pour l'extraction (voir 7.1.1).

NOTE — Choisir le solvant pour obtenir l'extraction maximale. On peut utiliser des solvants de remplacement, à condition que l'analyste se soit assuré qu'ils n'interfèrent pas dans l'interprétation du spectre infrarouge.

5.2.1 Méthanol (de préférence).

5.2.2 Propanol-2.

5.2.3 Éthanol ou alcool dénaturé.

5.2.4 Butanone.

5.2.5 Acétone.

5.2.6 Éthanol-toluène azéotropique.¹⁾

5.3 Solvants pour la dissolution du caoutchouc et la préparation des feuilles minces.

NOTE — On peut utiliser des solvants de remplacement, à condition que l'analyste se soit assuré qu'ils n'interfèrent pas dans l'interprétation du spectre infrarouge.

5.3.1 Toluène.

5.3.2 Trichloro-1,1,1 éthane.

5.3.3 Dichlorométhane.

5.3.4 Dichloro-1,2 benzène.

5.4 Sulfate de sodium, anhydre.

5.5 Papier indicateur au rouge Congo.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareil à extraction.

L'appareil spécifié dans l'ISO 1407 est satisfaisant.

6.2 Appareillage à pyrolyse (voir figure 1).

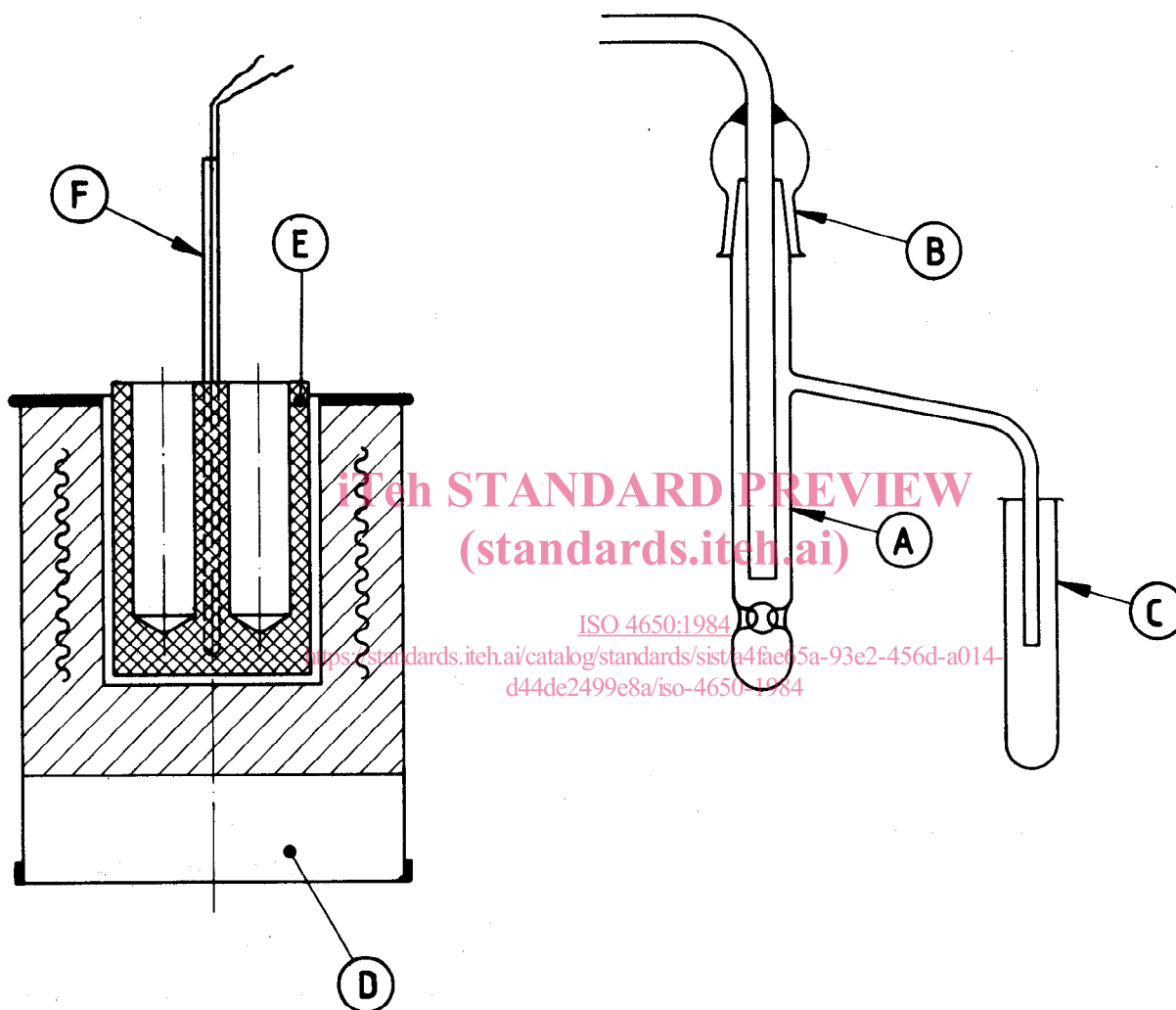
L'appareil à pyrolyse consiste en un tube en verre (A) ayant, à l'intérieur, des pointes pour empêcher l'échantillon de tomber au fond du tube, et un tube réfrigérant latéral. Le tube (A) a une ouverture rodée (B) qui supporte un petit tube adducteur en verre. Un tube collecteur (C) est placé sous le tube réfrigérant. Un four électrique thermostaté (D) possède un bloc d'aluminium (E) avec des trous pour un ou plusieurs tubes (A).

6.3 Pipettes capillaires.

6.4 Étuve, réglable à 200 ± 5 °C.

6.5 Bain d'eau bouillante.

1) Mélange de 70 parties en volume d'éthanol et de 30 parties en volume de toluène. Chauffer à reflux durant 4 h sur de l'oxyde de calcium récemment calciné. Distiller et recueillir une fraction intermédiaire ayant un intervalle de distillation ne dépassant pas 1 °C. Si l'on utilise de l'éthanol absolu, le séchage sur oxyde de calcium peut être omis.



STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4650:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4faef5a-93e2-456d-a014-d44de2499e8a/iso-4650-1984>

- | | | | |
|-----|---|-----|--|
| (A) | Tube en verre pour contenir l'échantillon | (D) | Four électrique thermostaté |
| (B) | Ouverture rodée | (E) | Bloc d'aluminium, avec des trous pour recevoir des tubes |
| (C) | Tube collecteur | (F) | Thermocouple |

Figure 1 — Appareillage à pyrolyse à température contrôlée

6.6 Lamelles polies de sel, soit de chlorure de sodium (NaCl), soit de bromure de potassium (KBr).

6.7 Agent de filtration, par exemple silice de diatomées, ou tout autre produit similaire.

6.8 Spectromètre à double faisceau de rayons infrarouges, capable de donner un spectre dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm (voir 1.2).

7 Mode opératoire pour pyrolysats

NOTE — Les méthodes décrites en 7.1 et 7.2 peuvent donner des intensités d'absorption relatives différentes pour les polymères d'un mélange donné.

7.1 Pyrolyse à température contrôlée dans un courant d'azote (voir figure 1) (Méthode préférentielle)

7.1.1 Broyer le caoutchouc en une feuille mince sur un mélangeur de laboratoire, en suivant la méthode décrite dans l'ISO 1407, ou, si ce n'est pas praticable, découper le caoutchouc en cubes de 2 mm de côté au maximum. Enrouler environ 0,5 g dans un papier filtre ou un tissu de nylon. Extraire la prise d'essai enveloppée dans une cartouche à extraction de l'appareil à extraction (6.1), durant au moins 16 h, par du méthanol ou un autre solvant approprié (voir 5.2.1). On peut utiliser l'éthanol-toluène azéotropique (5.2.6) pour l'extraction des caoutchoucs styrène-butadiène bruts. On peut extraire un vulcanisat avec le butanone, mais les caoutchoucs bruts et les mélanges non vulcanisés se dissolvent dans ce solvant.

7.1.2 Sortir le caoutchouc de l'appareil et sécher à environ 100 °C jusqu'à ce que les solvants soient totalement évaporés. En général, une période de 1 à 2 h est nécessaire.

7.1.3 Placer 0,1 à 0,2 g de la prise d'essai préparée dans le tube à pyrolyse (A).

7.1.4 Introduire une petite quantité du sulfate de sodium (5.4) dans le tube collecteur (C) pour absorber l'eau produite pendant la pyrolyse.

7.1.5 Placer un morceau de feuille du papier indicateur au rouge Congo (5.5), mouillé, devant l'ouverture du tube collecteur, comme contrôle de l'halogène. (Un virage du rouge au bleu indique la présence d'halogène.)

7.1.6 Si d'autres méthodes de recherche de l'halogène sont utilisées, mettre en œuvre le mode opératoire approprié au lieu de celui spécifié en 7.1.5.

7.1.7 Porter le four électrique (D) à 550 ± 25 °C et le maintenir à cette température. Ces limites sont recommandées pour obtenir une pyrolyse rapide, sans dégradation excessive ni carbonisation. Les températures en dessous de la limite inférieure devraient être évitées.

7.1.8 Faire passer un léger courant de l'azote (5.1) à travers le tube à pyrolyse (A) et introduire le tube contenant la prise d'essai préparée dans un trou du bloc d'aluminium (E). [L'azote sert à déplacer l'air, pour éviter l'oxydation et faciliter le transfert des produits de pyrolyse dans le tube collecteur (C).] Maintenir le courant d'azote à 10 ± 2 cm³/min.

7.1.9 Maintenir le chauffage jusqu'à distillation complète, ce qui peut demander jusqu'à 15 min.

7.1.10 Transférer quelques gouttes du pyrolysats du tube sur l'une des lamelles polies de sel (6.6), en utilisant l'une des pipettes capillaires (6.3).

7.1.11 Placer une cale d'épaisseur convenable (environ 25 μm) en position, fermer la cellule avec une seconde lamelle de même matière et monter la cellule dans le spectromètre à rayons infrarouges (6.8).

7.1.12 Enregistrer le spectre infrarouge dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm , en utilisant le spectromètre infrarouge (6.8).

7.1.13 Les spectres doivent être obtenus immédiatement après la pyrolyse de façon à minimiser la variation ultérieure des produits de pyrolyse.

7.2 Pyrolyse à l'aide d'une flamme de gaz (Autre méthode)

7.2.1 Préparer une prise d'essai de 0,5 g comme spécifié en 7.1.1 et 7.1.2, et en placer 0,1 à 0,2 g dans le fond d'un petit tube à essais en verre. Placer un morceau de feuille du papier indicateur au rouge Congo (5.5), mouillé, devant l'ouverture du tube. Maintenir le tube horizontalement et porter rapidement la partie basse contenant la prise d'essai préparée dans la zone chaude d'un brûleur à gaz, de façon à obtenir une pyrolyse rapide et une carbonisation réduite à un minimum. Noter tout virage du papier indicateur au rouge Congo, du rouge au bleu, indiquant la présence d'halogène.

7.2.2 Maintenir le chauffage jusqu'à ce que le pyrolysats se condense dans l'extrémité froide du tube et que la pyrolyse soit substantiellement complète, puis retirer le tube à essais de la flamme. Continuer comme spécifié de 7.1.10 à 7.1.13 inclus.

7.2.3 En variante à 7.2.1, placer la prise d'essai extraite dans un petit tube à essais dont l'extrémité a été étirée pour lui donner la forme d'une cornue. Effectuer la pyrolyse comme spécifié en 7.2.1.

ATTENTION — Prendre soin de maintenir l'extrémité du tube suffisamment chaude pour éviter que les produits de pyrolyse ne se condensent et bloquent l'ouverture, risquant de provoquer l'explosion du tube.

Recueillir le condensat dans un petit tube à essais contenant un peu du sulfate de sodium (5.4) pour éliminer toute humidité formée. Procéder comme spécifié de 7.1.10 à 7.1.13 inclus.

7.2.4 Si d'autres méthodes de recherche de l'halogène sont utilisées, mettre en œuvre le mode opératoire approprié au lieu de celui spécifié.

8 Mode opératoire pour feuilles minces coulées à partir des solutions

NOTE — Les méthodes décrites en 8.1 et 8.2 peuvent donner des intensités d'absorption relatives différentes pour les polymères d'un mélange donné. Les feuilles minces obtenues par la méthode décrite en 8.2 peuvent contenir une plus forte proportion du polymère le moins stable.

8.1 Dissolution des vulcanisats

8.1.1 Préparer une prise d'essai d'environ 2 g (ou 5 g si l'on suspecte la présence de caoutchouc chloroprène - voir 8.1.3) comme spécifié en 7.1.1 et 7.1.2.

8.1.2 Pyrolyser environ 1 g de la prise d'essai préparée (8.1.1) et faire l'essai de recherche de l'halogène comme spécifié de 7.1.5 à 7.1.9 inclus, ou de 7.2.1 à 7.2.4 inclus.

8.1.3 Placer 1 g de la prise d'essai préparée (8.1.1) et 50 cm³ du dichloro-1,2 benzène (5.3.4) dans une fiole de 100 cm³ surmontée d'un réfrigérant à reflux. Si l'on suspecte la présence de caoutchouc chloroprène, préparer une prise d'essai d'environ 5 g et en placer 4 g et 200 cm³ du dichloro-1,2 benzène, dans une fiole de 500 cm³ surmontée d'un réfrigérant à reflux. Faire bouillir à environ 120 °C jusqu'à ce que la prise d'essai soit dispersée ou dissoute.

8.1.3.1 Le temps nécessaire pour la dissolution varie selon le caoutchouc. Le caoutchouc naturel demande 3 à 4 h alors que le caoutchouc chloroprène peut nécessiter jusqu'à 12 h. Quelques caoutchoucs ne se dissolvent jamais complètement.

8.1.3.2 Arrêter le chauffage au bout de 12 h pour réduire le risque de modification de la structure moléculaire du caoutchouc.

8.1.3.3 Si la dissolution complète n'est pas effectuée en 12 h, suffisamment de caoutchouc a été, en général, dissous pour obtenir un spectre convenable, bien que ceci puisse ne pas être représentatif des deux composants d'un mélange. Une dissolution partielle peut mener à la séparation des composants, et des informations complémentaires peuvent être obtenues par pyrolyse du résidu séché.

8.1.4 Refroidir le mélange et le transférer dans un bécher contenant 50 cm³ du toluène (5.3.1).

8.1.5 Si le mélange ne contient pas de noir de carbone, centrifuger pour éliminer les charges minérales.

8.1.6 Si le mélange contient du noir de carbone, ajouter 10 à 20 g de l'agent de filtration (6.7) et filtrer à travers le papier filtre.¹⁾

8.1.7 Si le filtrat obtenu comme décrit en 8.1.6 contient encore du noir de carbone, répéter la filtration avec de l'agent de filtration.

8.1.8 Concentrer la solution centrifugée ou filtrée à un volume réduit, sous vide dans un courant de l'azote (5.1).

8.1.9 Évaporer quelques gouttes de la solution concentrée sur l'une des lamelles polies de sel (6.6), pour donner une épaisseur de feuille mince ayant 10 à 20 % de facteur de transmission à 6,9 µm.

8.1.10 Enregistrer le spectre infrarouge dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 µm, en utilisant le spectromètre infrarouge (6.8).

8.2 Dégradation thermique modérée des vulcanisats²⁾

8.2.1 Préparer une prise d'essai de 2 g comme spécifié en 7.1.1 et 7.1.2.

8.2.2 Placer la prise d'essai préparée dans un tube à essais fermé avec de la laine de verre, et chauffer durant environ 10 min dans l'étuve (6.4) réglée à 200 ± 5 °C. Laisser refroidir.

8.2.3 Transférer la prise d'essai dans un bécher et ajouter 50 cm³ du trichloro-1,1,1 éthane (5.3.2). Couvrir d'un verre de montre.

8.2.4 Laisser reposer le bécher et son contenu durant environ 30 min sur le bain d'eau bouillante (6.5), en remuant de temps en temps pour effectuer la dissolution du caoutchouc dégradé.

8.2.5 Filtrer le mélange obtenu comme décrit en 8.2.4 à travers un papier filtre pour enlever le vulcanisat non dissous ou les charges.

8.2.6 Si du noir de carbone libre est rejeté par le vulcanisat (ce qui se passe quelquefois avec le caoutchouc polyisoprène et le caoutchouc butyl), ajouter une petite quantité de l'agent de filtration (6.7) à la solution, avant filtration.

8.2.7 Éliminer le solvant par évaporation, distillation ou utilisation d'un évaporateur rotatif sous vide.

8.2.8 Dissoudre le résidu dans une petite quantité du dichlorométhane (5.3.3).

8.2.9 Si l'analyste suspecte que le filtrat obtenu comme décrit en 8.2.6 contient des produits autres que du caoutchouc, qui pourraient interférer dans l'interprétation du spectre final, le polymère doit être précipité dans la solution obtenue comme décrit en 8.2.5 ou 8.2.6 par du méthanol. Filtrer le polymère récupéré et le dissoudre dans le dichlorométhane (5.3.3).

1) Du caoutchouc nitrile-butadiène (NBR) peut être retenu par le papier filtre.

2) Cette technique ne devrait pas être utilisée avec des mélanges susceptibles de contenir du caoutchouc chloroprène (CR).

8.2.10 Évaporer quelques gouttes de la solution dans le dichlorométhane sur l'une des lamelles polies de sel (6.6), pour donner une épaisseur de feuille mince ayant 10 à 20 % de facteur de transmission à 6,9 μm .

8.2.11 Enregistrer le spectre dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm , en utilisant le spectromètre infrarouge (6.8).

8.3 Dissolution des caoutchoucs bruts

8.3.1 Préparer une prise d'essai d'environ 2 g comme spécifié en 7.1.1 et 7.1.2.

8.3.2 Pyrolyser environ 1 g de la prise d'essai préparée (8.3.1) et faire l'essai de recherche de l'halogène comme spécifié de 7.1.5 à 7.1.9 inclus, ou de 7.2.1 à 7.2.4 inclus.

8.3.3 Placer le 1 g restant de la prise d'essai préparée (8.3.1) et 50 cm^3 du dichlorométhane (5.3.3) dans une fiole de 100 cm^3 surmontée d'un réfrigérant à reflux. Faire bouillir jusqu'à ce que la prise d'essai soit dissoute.

8.3.4 Refroidir et transférer dans un bécher.

8.3.5 Concentrer la solution à un volume réduit, sous vide dans un courant de l'azote (5.1).

8.3.6 Évaporer quelques gouttes de la solution concentrée sur l'une des lamelles polies de sel (6.6), pour donner une épaisseur de feuille mince ayant 10 à 20 % de facteur de transmission à 6,9 μm .

8.3.7 Enregistrer le spectre dans les limites de longueurs d'onde de 2,5 à 15 μm , en utilisant le spectromètre infrarouge (6.8).

9 Interprétation des spectres

9.1 Spectres de référence

9.1.1 À cause des différents modes de présentation des spectres, il est impératif de réaliser les spectres de référence en utilisant le même appareil, avant de procéder à la recherche sur échantillons inconnus.

9.1.2 Les spectres de référence doivent être réalisés à partir de prises d'essai de composition connue, en suivant le mode opératoire spécifié dans le chapitre 7 ou celui spécifié dans le chapitre 8.

NOTE — L'utilisateur devrait comparer ses propres spectres de référence pour des polymères simples avec les spectres de référence contenus dans l'annexe et il devrait préparer d'autres spectres pour tous les polymères pour lesquels ses spectres diffèrent d'une manière importante de ceux présentés dans l'annexe.

9.1.3 Des spectres de mélanges ne sont pas donnés dans la présente Norme internationale à cause de la multiplicité de combinaisons et proportions de polymère. Chaque laboratoire doit préparer ses propres collections à partir de prises d'essai de composition connue.

9.1.4 De petites, mais inévitables, variations dans les conditions expérimentales et les caractéristiques de l'appareil peuvent donner lieu à des différences importantes dans les spectres. Des spectres réalisés à des moments différents peuvent ne pas être identiques en tant que hauteur des pics (intensité d'absorption) ou longueur d'onde d'absorption. L'analyste expérimenté doit être capable de les reconnaître.

9.1.5 Les vulcanisats peuvent donner, à partir de pyrolysats liquides et de feuilles minces, des spectres légèrement différents des spectres du caoutchouc brut correspondant, et l'interprétation de tels spectres nécessite des soins particuliers si des caractéristiques importantes semblent manquer.

9.1.6 Les avertissements en 9.1.4 et 9.1.5 sont donnés pour attirer l'attention des laboratoires sur les difficultés qui peuvent apparaître lors de l'emploi de cette méthode, et pour insister sur le besoin de maintenir des collections de référence des feuilles minces et pyrolysats de tous les caoutchoucs qui peuvent nécessiter une identification.

9.1.7 Dans tous les cas, les spectres doivent être interprétés en tenant compte de l'essai de recherche de l'halogène. Si l'essai de recherche est négatif, alors le caoutchouc est caractérisé comme n'étant ni du caoutchouc chloroprène ni du caoutchouc polyéthylène chlorosulfoné.

9.2 Tables d'absorptions caractéristiques

9.2.1 Les tables d'absorptions caractéristiques (voir l'annexe) ne doivent être utilisées que conjointement avec les spectres de référence. Elles ont pour objet d'indiquer les absorptions principales, pour lesquelles il peut y avoir relation avec les spectres de feuille mince et de pyrolysat, telles que la nature spécifique de certains pics, leur relation avec les pics voisins ou d'autres régions du spectre, etc.

9.2.2 Les tables servent à compléter les spectres de référence en attirant l'attention sur les absorptions absentes, ce qui entraîne l'élimination de certains caoutchoucs, lorsque des ambiguïtés peuvent apparaître.

9.2.3 Les absorptions sont classées par ordre de valeur diagnostique décroissant. Par «valeurs diagnostiques», on entend celles dont les tracés d'absorption sont typiques et qu'un analyste expérimenté considère comme étant significatives pour l'identification des caoutchoucs. De telles absorptions ne sont pas nécessairement significatives ni nécessairement très intenses. Elles sont, cependant, associées avec certaines caractéristiques de composition ou de structure des feuilles minces ou des pyrolysats, et sont reproductibles dans le sens qu'elles ne sont pas sérieusement influencées par des variations modérées, dans les conditions de pyrolyse ou de dissolution.

9.2.4 En général, on peut affirmer avec confiance que, si un caoutchouc particulier est présent, à part les exceptions indiquées, toutes les absorptions répertoriées apparaissent dans le spectre du pyrolysate ou de la feuille mince correspondant(e), et si aucune de ces absorptions n'est absente, il en découle que le caoutchouc considéré est absent.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications ci-contre :

- a) tous détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) référence de la présente Norme internationale;
- c) méthode utilisée;
- d) identification du (ou des) caoutchouc(s) dans l'échantillon;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4650:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4fae65a-93e2-456d-a014-d44de2499e8a/iso-4650-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4fae65a-93e2-456d-a014-d44de2499e8a/iso-4650-1984>

Annexe

Tables d'absorptions caractéristiques et spectres de référence

A.0 Introduction

La présente annexe fournit des tables d'absorptions caractéristiques et des spectres de référence pour les pyrolysats et les feuilles minces coulées à partir des solutions, de la manière indiquée dans le tableau suivant.

Type de caoutchouc	Numéro de la figure	
	Polymère brut	Vulcanisat
Pyrolysats		
Caoutchouc isoprène	2	3
Caoutchouc styrène-butadiène	4	5
Caoutchouc butadiène-acrylonitrile	6	7
Caoutchouc chloroprène	8	9
Caoutchouc isobutène-isoprène	10	11
Caoutchouc polybutadiène	12	13
Caoutchouc éthylène-propylène	14	15
Caoutchouc polyéthylène chlorosulfoné	16	17
Feuilles minces coulées à partir des solutions		
Caoutchouc c/s-polyisoprène naturel	18	19
Gutta percha	20	21
Caoutchouc styrène-butadiène	22	23
Caoutchouc butadiène-acrylonitrile	24	25
Caoutchouc chloroprène	26	27
Caoutchouc isobutène-isoprène	28	29
Caoutchouc polybutadiène	30	31
Caoutchouc éthylène-propylène	32	33
Caoutchouc polyéthylène chlorosulfoné	34	35

Pour chaque figure, deux spectres de référence sont donnés : l'un ayant une échelle linéaire de longueur d'onde et l'autre ayant une échelle linéaire de nombre d'onde, représentant des spectres obtenus en utilisant divers types de machines. Les flèches indiquées sur les spectres correspondent aux absorptions caractéristiques données dans les tables correspondantes.

A.1 Pyrolysats

A.1.1 Les absorptions suivantes, lorsqu'elles apparaissent, ne sont pas des valeurs diagnostiques et ne devraient pas être utilisées pour l'identification des caoutchoucs.

Longueur d'onde	Nombre d'onde
µm	cm ⁻¹ *
3,0	3 330
3,5	2 860
5,9	1 700
6,9	1 450

* L'unité SI pour le nombre d'onde est l'inverse du mètre. Jusqu'à ce que cette unité soit utilisée sur les instruments et sur les graphiques, l'inverse du centimètre sera utilisé dans la présente Norme internationale.

A.1.2 Les principales absorptions au titre des valeurs caractéristiques sont les suivantes.

A.1.2.1 Pour le caoutchouc isoprène (voir figures 2 et 3)

Longueur d'onde	Nombre d'onde	Intensité
μm	cm^{-1}	
11,3	885	Très forte
7,3	1 370	Forte
12,5	800	Moyenne
6,1	1 640	Moyenne
11,0	909	Palier

Dans les vulcanisats, l'absorption à 12,5 μm (800 cm^{-1}) peut parfois diminuer en intensité avec l'aspect d'une absorption plus large et moins intense à 12,3 μm (813 cm^{-1}).

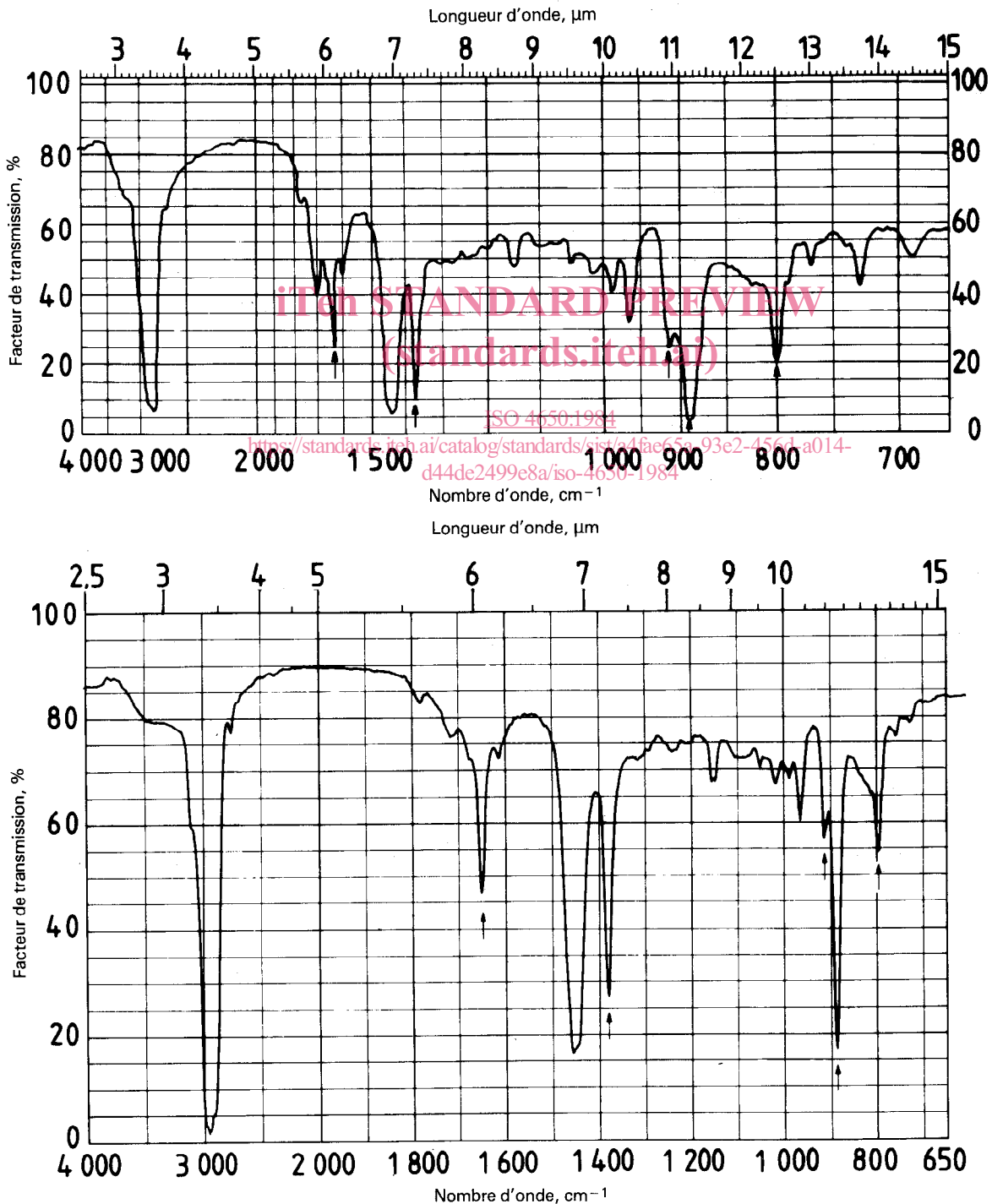
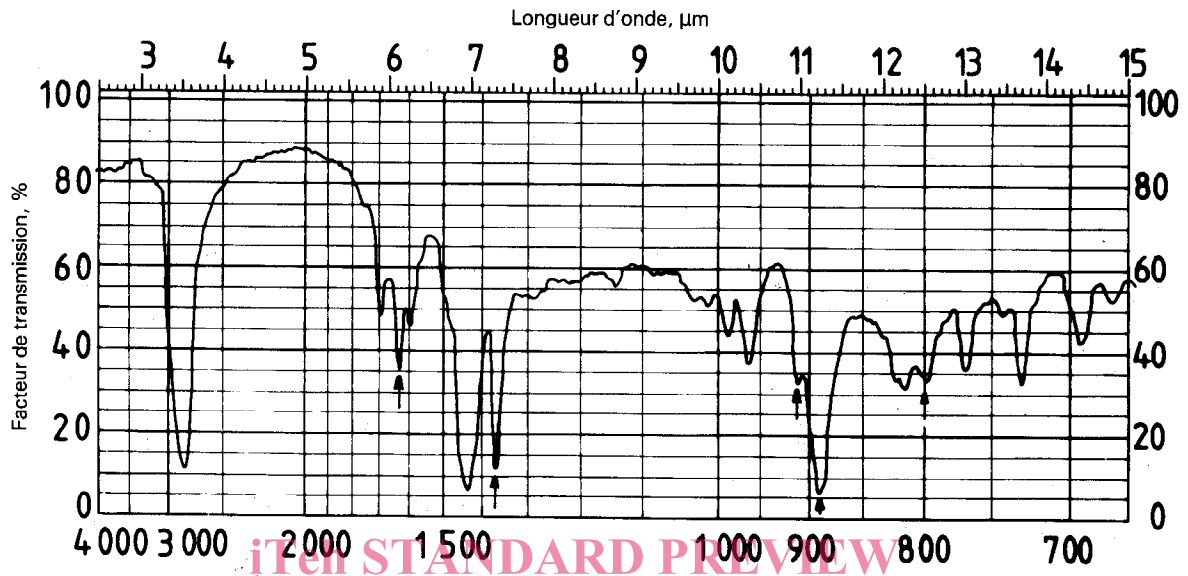


Figure 2 — Caoutchouc isoprène — Pyrolysats de polymère brut



iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

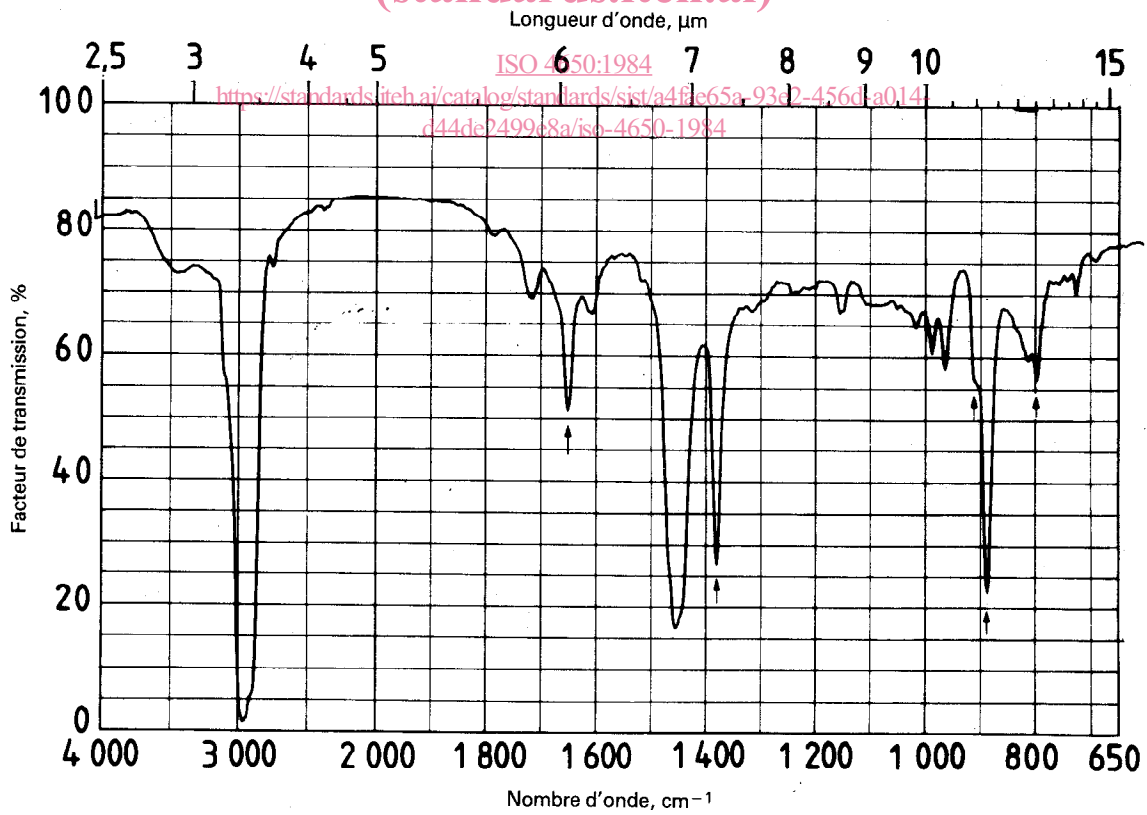


Figure 3 — Caoutchouc isoprène — Pyrolysate de vulcanisat