

---

---

**Caoutchouc butadiène — Détermination de  
la microstructure par spectrométrie à  
infrarouge**

*Butadiene rubber — Determination of microstructure by infra-red  
spectrometry*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 12965:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-  
dc0595a8e573/iso-12965-2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 12965:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

**Sommaire**

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Réactif</b> .....	1
5 <b>Appareillage</b> .....	2
6 <b>Échantillonnage</b> .....	2
7 <b>Mode opératoire</b> .....	2
8 <b>Fidélité</b> .....	5
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	7

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 12965:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 12965 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 12965:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7847922a-5463-4c16-9042-dc0595a8e573/iso-12965-2000>

# Caoutchouc butadiène — Détermination de la microstructure par spectrométrie à infrarouge

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale connaissent les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes de sécurité éventuels associés à son utilisation. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées et de garantir la conformité avec toute condition réglementaire nationale.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer la microstructure du caoutchouc butadiène (BR) par spectrométrie infrarouge, à l'aide d'un film coulé.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 1407:1992, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*.

ISO 1795:2000, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*.

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées*.

## 3 Principe

**3.1** Une petite quantité de caoutchouc extrait est dissoute dans du chlorure de méthylène et coulée sur une plaque de sel.

**3.2** Un spectre est obtenu pour la plage comprise entre  $2\,000\text{ cm}^{-1}$  et  $600\text{ cm}^{-1}$ . Sur la base des absorptions à des longueurs d'onde fixes, les teneurs en *cis*, *trans* et vinyl sont calculées.

## 4 Réactif

### 4.1 Chlorure de méthylène.

## 5 Appareillage

5.1 **Spectrophotomètre à infrarouge à double faisceau** ou **spectrophotomètre à infrarouge à transformation de Fourier (FTIR)**, ayant une résolution de  $2\text{ cm}^{-1}$ . L'instrument doit pouvoir étaler son balayage le long de l'axe d'absorption ou de transmission dans la région spectrale comprise entre  $2\ 000\text{ cm}^{-1}$  et  $600\text{ cm}^{-1}$ .

5.2 **Plaque de sel.**

5.3 **Balance**, précise à  $0,1\text{ mg}$  près.

5.4 **Étuve de séchage à vide**, fonctionnant entre  $50\text{ °C}$  et  $60\text{ °C}$ .

## 6 Échantillonnage

Le caoutchouc brut doit être échantillonné conformément à l'ISO 1795.

## 7 Mode opératoire

7.1 Fraiser l'échantillon d'essai jusqu'à obtenir la feuille la plus fine possible. Extraire le caoutchouc conformément à l'ISO 1407, à l'aide d'azéotrope d'éthanol/toluène (ETA). Sécher le caoutchouc extrait dans l'étuve, sous vide, entre  $50\text{ °C}$  et  $60\text{ °C}$ .

7.2 Prélever environ  $100\text{ mg}$  d'échantillon extrait et le dissoudre dans environ  $20\text{ ml}$  de chlorure de méthylène. Si du gel est présent, filtrer la solution.

7.3 S'assurer que la plaque de sel est à niveau sur le plan horizontal, avant que le film soit coulé. Ajouter 3 ou 4 gouttes de solution sur la plaque et les répartir uniformément sur la zone du faisceau. Laisser le solvant s'évaporer, de préférence à température ambiante.

7.4 Vérifier que la transmission dans la plage de mesurage est comprise entre  $50\%$  et  $30\%$ . Si la transmission se situe largement en dehors de ces limites, nettoyer la plaque de sel et répéter l'étape 7.3 avec plus ou moins de solution.

7.5 Lorsque la condition donnée en 7.4 est respectée, effectuer un balayage dans la plage comprise entre  $2\ 000\text{ cm}^{-1}$  et  $600\text{ cm}^{-1}$ .

7.6 Tracer une ligne de base de  $2\ 000\text{ cm}^{-1}$  à  $600\text{ cm}^{-1}$ , en veillant à ce que aucun pic ne soit coupé (voir Figures 1, 2 et 3 pour le polybutadiène à teneurs en *cis* moyenne, faible et élevée).

7.7 Mesurer les absorptions à  $965\text{ cm}^{-1}$  ( $A_{965}$ ),  $909\text{ cm}^{-1}$  ( $A_{909}$ ) et  $728\text{ cm}^{-1}$  ( $A_{728}$ ). Celles-ci donnent des indications sur les teneur en *trans* ( $A_{965}$ ), vinyl ( $A_{909}$ ) et *cis* ( $A_{728}$ ).

7.8 Normaliser les absorptions ci-avant à l'aide des équations suivantes:

$$\%A_{965} = \frac{A_{965}}{A_{965} + A_{909} + A_{728}} \times 100$$

$$\%A_{909} = \frac{A_{909}}{A_{965} + A_{909} + A_{728}} \times 100$$

$$\%A_{728} = \frac{A_{728}}{A_{965} + A_{909} + A_{728}} \times 100$$

7.9 Calculer les teneurs en différents isomères,  $c_{cis}$ ,  $c_{trans}$  et  $c_{vinyl}$ , en  $g/dm^3$ , à l'aide des équations suivantes:

$$c_{cis} = 1,789\ 6 \times \%A_{728} - 0,025\ 3 \times \%A_{965} - 0,008\ 5 \times \%A_{909}$$

$$c_{trans} = 0,397\ 1 \times \%A_{965} - 0,050\ 2 \times \%A_{728} - 0,014\ 2 \times \%A_{909}$$

$$c_{vinyl} = 0,295\ 4 \times \%A_{909} - 0,007\ 5 \times \%A_{728} - 0,006\ 5 \times \%A_{965}$$

7.10 Déterminer la microstructure du caoutchouc, en pourcentage, à l'aide des équations suivantes:

$$\%_{cis} = \frac{c_{cis} \times 100}{c_{cis} + c_{trans} + c_{vinyl}}$$

$$\%_{trans} = \frac{c_{trans} \times 100}{c_{cis} + c_{trans} + c_{vinyl}}$$

$$\%_{vinyl} = \frac{c_{vinyl} \times 100}{c_{cis} + c_{trans} + c_{vinyl}}$$

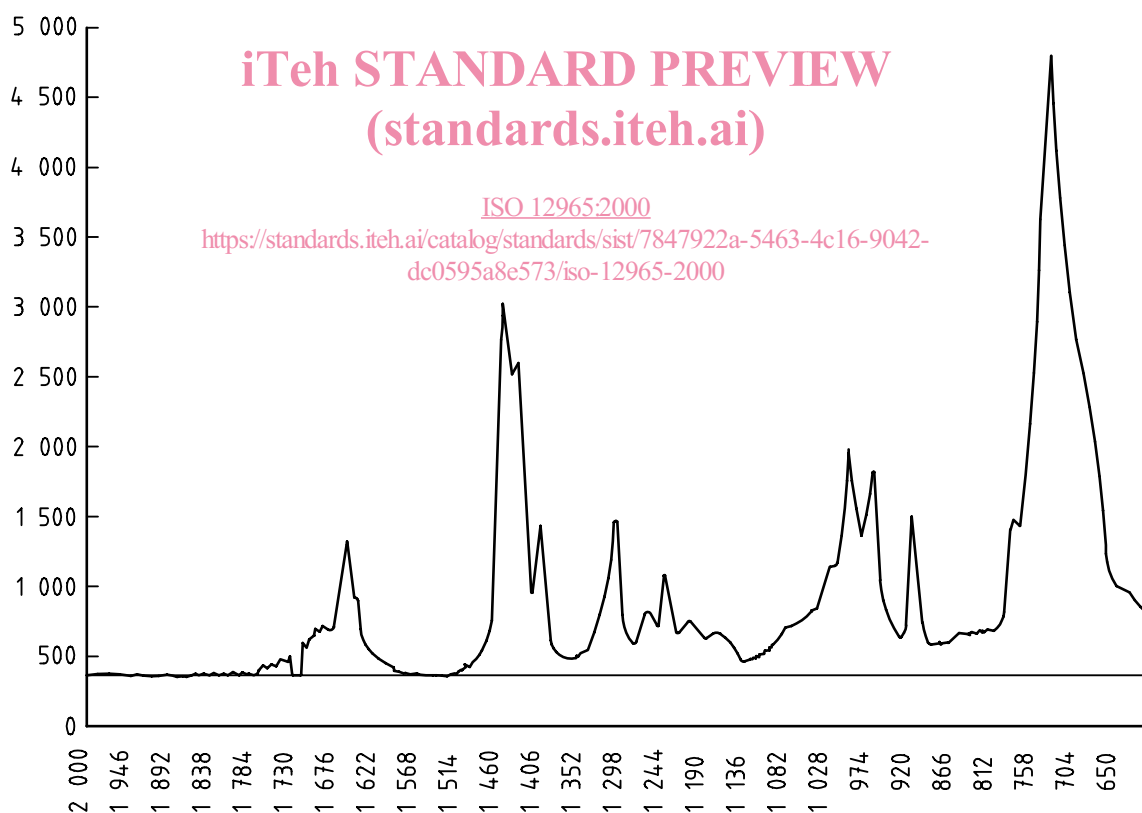


Figure 1 — Échantillon A (polybutadiène à teneur moyenne en *cis*)

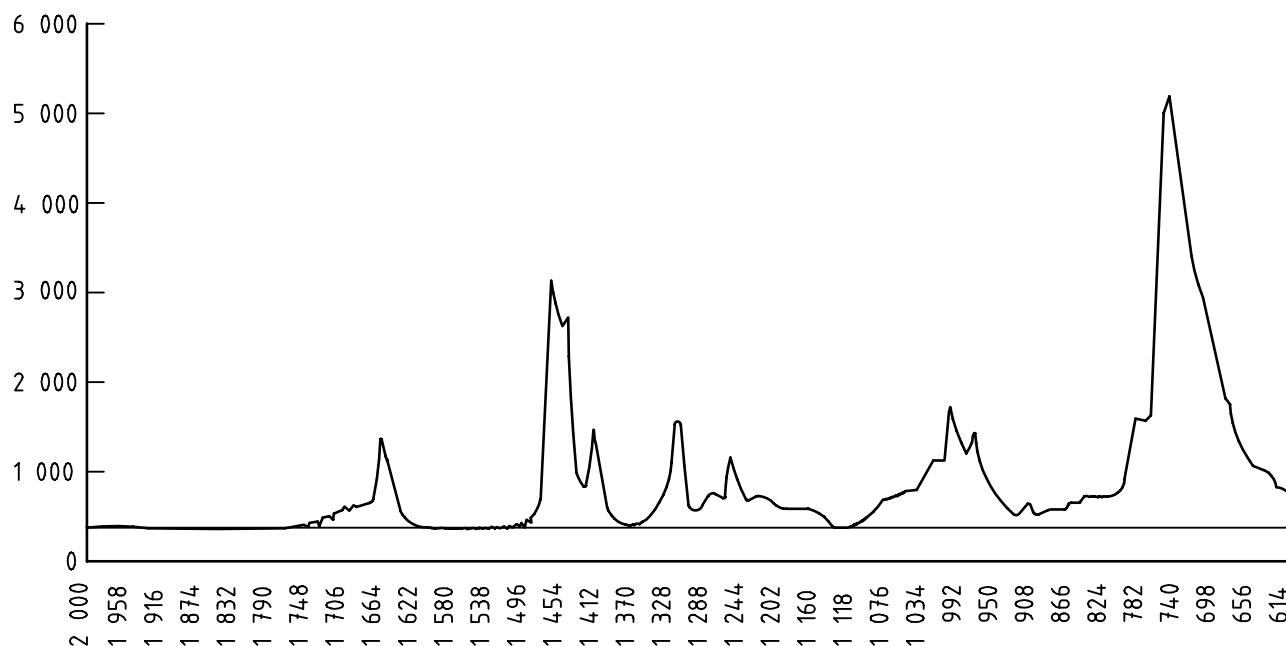


Figure 2 — Échantillon B (polybutadiène à teneur élevée en *cis*)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

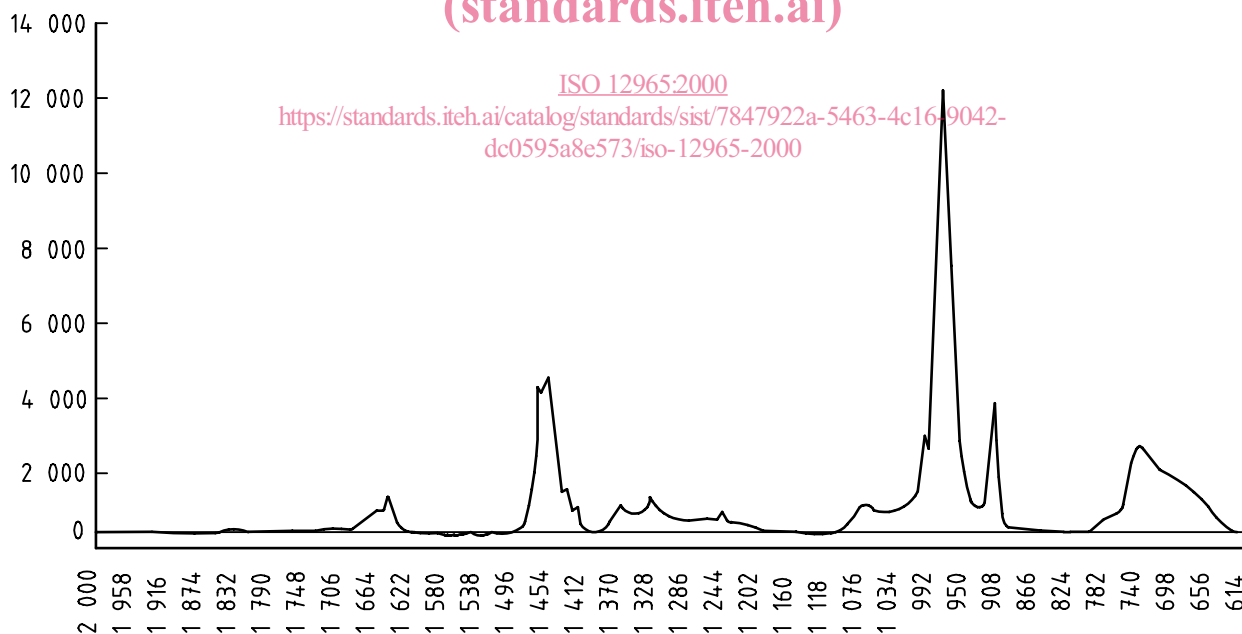


Figure 3 — Échantillon C (polybutadiène à teneur faible en *cis*)



## 8 Fidélité

**8.1** Les calculs de fidélité, permettant d'exprimer la répétabilité et la reproductibilité ont été effectués conformément à l'ISO/TR 9272. Consulter ce document concernant les concepts de fidélité et la nomenclature.

**8.2** Un programme d'essais interlaboratoire de type 1 a été organisé en 1994. Trois matériaux (A, B et C) de polybutadiène ayant des microstructures différentes (voir Figures 1, 2 et 3) ont été envoyés aux laboratoires prenant part au programme où ils ont été soumis à essai selon le mode opératoire d'essai.

**8.3** Les résultats de fidélité pour la teneur en *cis* sont donnés dans le Tableau 1, les résultats de fidélité pour la teneur en *trans* sont donnés dans le Tableau 2 et le Tableau 3 donne les résultats de fidélité pour la teneur en vinyl.

Pour toutes les données,  $p = 6$ ,  $q = 3$  et  $n = 5$ .

**8.4 Répétabilité pour la teneur en *cis*:** La répétabilité  $r$  de la teneur en *cis* du polybutadiène a été établie comme étant égale à 1,00 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) qui diffèrent de plus de 1,00 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.

**8.5 Reproductibilité pour la teneur en *cis*:** La reproductibilité  $R$  de la teneur en *cis* du polybutadiène a été établie comme étant égale à 1,86 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) réalisés dans des laboratoires différents, qui diffèrent de plus de 1,86 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.

**8.6 Répétabilité pour la teneur en *trans*:** La répétabilité  $r$  de la teneur en *trans* du polybutadiène a été établie comme étant égale à 0,72 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) qui diffèrent de plus de 0,72 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.

**8.7 Reproductibilité pour la teneur en *trans*:** La reproductibilité  $R$  de la teneur en *trans* du polybutadiène a été établie comme étant égale à 0,94 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) réalisés dans des laboratoires différents, qui diffèrent de plus de 0,94 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.

**8.8 Répétabilité pour la teneur en vinyl:** La répétabilité  $r$  de la teneur en vinyl du polybutadiène a été établie comme étant égale à 0,30 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) qui diffèrent de plus de 0,30 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.

**8.9 Reproductibilité pour la teneur en vinyl:** La reproductibilité  $R$  de la teneur en vinyl du polybutadiène a été établie comme étant égale à 0,64 point. Les résultats de deux essais individuels (ou déterminations) réalisés dans des laboratoires différents, qui diffèrent de plus de 0,64 point, doivent être considérés comme suspects et nécessitent qu'une enquête appropriée soit menée.