

---

---

**Caoutchouc — Méthodes d'analyse par  
pyrolyse et chromatographie en phase  
gazeuse —**

Partie 2:  
**Détermination du rapport  
styène/butadiène/isoprène**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Rubber — Analysis by pyrolytic gas-chromatographic methods —*

*Part 2: Determination of styrene/butadiene/isoprene ratio*

ISO 7270-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005>



**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 7270-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005>

© ISO 2005

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.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2006

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>5.1</b> <b>Appareil d'extraction</b> .....	<b>2</b>
<b>5.2</b> <b>Système de pyrolyse/chromatographie</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
<b>6.1</b> <b>Préparation des courbes d'étalonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>6.2</b> <b>Analyse des échantillons de composition inconnue</b> .....	<b>7</b>
<b>7</b> <b>Interprétation des résultats</b> .....	<b>7</b>
<b>8</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>7</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>9</b>

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

ISO 7270-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005>

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 7270-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

L'ISO 7270 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc — Méthodes d'analyse par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse*.

- *Partie 1: Identification des polymères (un seul polymère ou un mélange de polymères)*
- *Partie 2: Détermination du rapport styrène/butadiène/isoprène*

# Caoutchouc — Méthodes d'analyse par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse —

## Partie 2: Détermination du rapport styrène/butadiène/isoprène

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 7270 soient familiers des pratiques d'usage en laboratoire. La présente partie de l'ISO 7270 n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de leur conformité à toutes restrictions réglementaires nationales.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7270 spécifie les principes et les méthodes de détermination, par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse, du rapport styrène (STY)/butadiène (BD)/isoprène (IP) dans les copolymères ou mélanges d'homopolymères et/ou de copolymères, dans les caoutchoucs bruts ou les mélanges vulcanisés ou non.

Elle s'applique aux copolymères/terpolymères composés de styrène, de butadiène et d'isoprène, et aux mélanges de ces polymères.

**NOTE** L'utilisation de la présente partie de l'ISO 7270 suppose une connaissance suffisante des principes et des techniques de chromatographie en phase gazeuse pour pouvoir effectuer les opérations décrites et pour interpréter les résultats correctement.

### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

### 3 Principe

En premier lieu, des courbes d'étalonnage sont préparées en procédant à la pyrolyse d'échantillons présentant des rapports STY/BD/IP connus et à l'analyse des produits de pyrolyse par chromatographie en phase gazeuse afin de déterminer, dans les produits de pyrolyse, la teneur en pourcentage de chaque composant (STY, BD et IP) par rapport au total des trois composants.

Des échantillons de composition inconnue sont ensuite pyrolysés et les produits de pyrolyse sont analysés dans les mêmes conditions. Le rapport STY/BD/IP dans l'échantillon initial est déterminé à partir des courbes d'étalonnage.

## 4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue.

### 4.1 Solvants pour l'extraction

Les solvants suivants conviennent (voir 6.1.1):

- acétone;
- méthanol;
- méthyléthylcétone.

### 4.2 Gaz vecteur

- azote;
- hélium.

**4.3 Gaz pour détecteur à ionisation de flamme:** hydrogène plus air comprimé purifié.

## 5 Appareillage

### 5.1 Appareil d'extraction

Tel que spécifié dans l'ISO 1407.

### 5.2 Système de pyrolyse/chromatographie

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 7270-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f7f8f0b2-99f8-4730-b504-e995e3777eaf/iso-7270-2-2005>

#### 5.2.1 Généralités

L'appareillage utilisé pour obtenir des pyrogrammes comprend quatre éléments: le dispositif de pyrolyse, le chromatographe en phase gazeuse, la colonne chromatographique en phase gazeuse et le système d'acquisition et de traitement de données.

#### 5.2.2 Dispositif de pyrolyse

Les types suivants de dispositif de pyrolyse conviennent:

- four à micro-ondes;
- pyrolyseur à point de Curie;
- pyrolyseur à filaments de platine.

#### 5.2.3 Chromatographe en phase gazeuse

Une grande variété de chromatographes en phase gazeuse employant un détecteur à ionisation de flamme (FID) ou un détecteur à conductivité thermique (TCD) peuvent être utilisés pour la présente partie de l'ISO 7270. Il est préférable d'utiliser un FID avec colonnes capillaires.

## 5.2.4 Colonnes chromatographiques

Des colonnes de longueurs, de diamètres, de phases stationnaires et de liquides très différents peuvent être utilisées pour la présente partie de l'ISO 7270, l'exigence principale étant de pouvoir séparer convenablement les produits de pyrolyse volatils de styrène, de butadiène et d'isoprène.

NOTE 1 Des colonnes capillaires présentant une bonne efficacité de séparation conviennent, mais ne sont pas essentielles.

NOTE 2 Des colonnes capillaires contenant du diméthyl polysiloxane apolaire et du silicone semi-polaire partiellement modifié (diphényl-, cyanopropylphényl- ou autre) conviennent.

## 5.2.5 Système d'acquisition et de traitement de données

Un enregistreur, un intégrateur ou un système informatique d'analyse de données peut être utilisé.

# 6 Mode opératoire

## 6.1 Préparation des courbes d'étalonnage

**6.1.1** Préparer des échantillons de référence de compositions connues, proches de celles supposées pour l'échantillon (pour essai) inconnu.

**6.1.2** Prélever une prise d'essai de masse appropriée à l'appareillage utilisé. Elle est en général comprise entre 0,1 mg et 5 mg. Pour une bonne reproductibilité, il convient que la taille de la prise d'essai soit aussi petite que possible.

**6.1.3** Placer la prise d'essai dans le dispositif de pyrolyse et la pyrolyser. Une température de pyrolyse appropriée est comprise entre 500 °C et 600 °C pour un four à micro-ondes ou pour un pyrolyseur à point de Curie, et comprise entre 600 °C et 750 °C pour un pyrolyseur à filaments de platine. Utiliser la même température de pyrolyse pour l'ensemble d'une série de mesures associées.

Les conditions de chromatographie en phase gazeuse dépendent de la colonne utilisée. Les Tableaux 1 à 3 donnent les conditions opératoires types et les Figures 1 à 3 illustrent des exemples de chromatogrammes obtenus en utilisant chacun des ensembles de conditions.

NOTE Le type de système de pyrolyse utilisé et la température de pyrolyse ont une incidence sur les résultats.

**6.1.4** Enregistrer les aires des pics *X*, *Y* et *Z* pour le STY, le BD et l'IP, respectivement, dans les produits de pyrolyse et calculer, pour chacun de ces composants, le pourcentage de l'aire de pic par rapport au total des trois composants, comme suit:

$$\text{pourcentage de l'aire du pic de styrène} \quad [X/(X + Y + Z)] \times 100$$

$$\text{pourcentage de l'aire du pic de butadiène} \quad [Y/(X + Y + Z)] \times 100$$

$$\text{pourcentage de l'aire du pic de l'isoprène} \quad [Z/(X + Y + Z)] \times 100$$

**6.1.5** Pour chacun des trois composants STY, BD et IP, tracer une courbe d'étalonnage en portant le pourcentage connu du composant (par rapport au total des trois) obtenu dans l'échantillon non pyrolysé par rapport au pourcentage de l'aire du pic du composant obtenu dans les produits de pyrolyse. La Figure 4 donne un exemple de courbe d'étalonnage (pour le butadiène).

NOTE 1 Si l'on utilise une colonne capillaire de longueur courante (30 m), il est difficile d'obtenir une séparation complète entre l'isobutène et le butadiène. Dans les méthodes par chromatographie en phase gazeuse pyrolytique, l'isobutène, qui est un produit de décomposition de caoutchouc contenant de l'isoprène, est détecté dans la plage de rétention proche de celle du butadiène. Il est cependant possible de dissocier l'isoprène du butadiène, même sans séparation complète, en utilisant les courbes d'étalonnage.

NOTE 2 Une colonne capillaire plus longue (60 m) avec un film plus épais permet d'obtenir une meilleure séparation de ces composants.

**Table 1 — Conditions opératoires recommandées pour une pyrolyse par un four à micro-ondes suivie d'une chromatographie avec une colonne capillaire de 30 m**

<b>Pyrolyse</b>	
Dispositif	Four à micro-ondes
Température de pyrolyse	550 °C
<b>Colonne chromatographique en phase gazeuse</b>	
Phase liquide	5 % de diphényldiméthylpolysiloxane
Épaisseur du film	1,0 µm
Diamètre de la colonne	Diamètre intérieur: 0,25 mm
Longueur de la colonne	30 m
<b>Conditions chromatographiques</b>	
Gaz vecteur et débit	Hélium, 0,8 ml/min
Température de l'injecteur	250 °C
Type de détecteur	FID
Température du détecteur	300 °C
<b>Programme de température</b>	Isotherme pendant 2 min à 50 °C
	puis 20 °C/min de 50 °C à 280 °C
	puis isotherme pendant 10 min à 280 °C

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

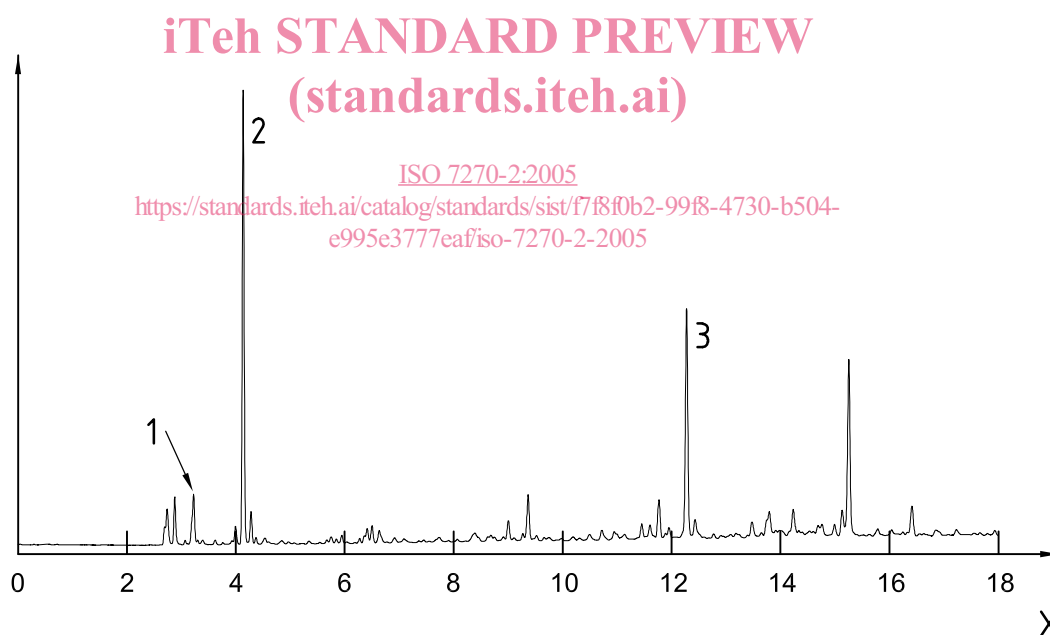
**Table 2 — Conditions opératoires recommandées pour une pyrolyse par un four à micro-ondes suivie d'une chromatographie avec une colonne capillaire de 60 m**

<b>Pyrolyse</b>	
Dispositif	Four à micro-ondes
Température de pyrolyse	550 °C
<b>Colonne chromatographique en phase gazeuse</b>	
Phase liquide	5 % de diphényldiméthylpolysiloxane
Épaisseur du film	1,0 µm
Diamètre de la colonne	Diamètre intérieur: 0,25 mm
Longueur de la colonne	60 m
<b>Conditions chromatographiques</b>	
Gaz vecteur et débit	Hélium, 0,8 ml/min
Température de l'injecteur	250 °C
Type de détecteur	FID
Température du détecteur	300 °C
<b>Programme de température</b>	Isotherme pendant 7 min à 50 °C
	puis 10 °C/min de 50 °C à 280 °C
	puis isotherme pendant 10 min à 280 °C



**Table 3 — Conditions opératoires recommandées pour une pyrolyse par pyrolyseur à point de Curie suivie d'une chromatographie avec une colonne remplie**

<b>Pyrolyse</b>	
Dispositif	Pyrolyseur à point de Curie
Température de pyrolyse	590 °C (3 s)
<b>Colonne chromatographique en phase gazeuse</b>	
Phase liquide	20 % de silicone 710/Chromosorb de maille W60 à W80
Diamètre de la colonne/matériau	Diamètre intérieur: 3 mm/acier inoxydable
Longueur de la colonne	3 m
<b>Conditions chromatographiques</b>	
Gaz vecteur	Hélium
Type de détecteur	FID
<b>Programme de température</b>	
	Isotherme pendant 2 min à 50 °C
	puis 10 °C/min de 50 °C à 220 °C
	puis isotherme pendant 10 min à 220 °C



**Légende**

- X heure (minutes)
- 1 butadiène
- 2 isoprène
- 3 styrène

**Figure 1 — Exemple de chromatogramme obtenu avec une colonne capillaire de 30 m**