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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber — Analysis by pyrolytic gas-chromatographic methods —
Part 2: Determination of styrene/butadiene/isoprene ratio*

ISO 7270-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-879fd7819bbe/iso-7270-2-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7270-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-879fd7819bbe/iso-7270-2-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
5.1 Appareil d'extraction	2
5.2 Système de pyrolyse/chromatographie en phase gazeuse	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Préparation des échantillons d'essai à partir des échantillons d'étalonnage et échantillon inconnu	3
6.2 Conditions d'essai	3
6.3 Préparation des courbes d'étalonnage	6
6.4 Analyse de l'échantillon inconnu	7
7 Expression des résultats	8
8 Fidélité	8
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Fidélité	9
Bibliographie	11

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7270-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-879fd7819bbe/iso-7270-2-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-879fd7819bbe/iso-7270-2-2012>

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, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 7270-2:2005), qui fait l'objet d'une révision technique.

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*

ISO 7270-2:2012
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-879fd7819bbe/iso-7270-2-2012>

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

Partie 2:

Détermination du rapport styrène/butadiène/isoprène

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 7270 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 7270 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.

ATTENTION — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente partie de l'ISO 7270 peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances, ou bien la production de déchets, pouvant constituer un risque pour l'environnement local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7270 spécifie une méthode de détermination, par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse, du rapport styrène/butadiène/isoprène 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 1 L'utilisation de la présente partie de l'ISO 7270 pré suppose une connaissance suffisante des principes et des techniques de chromatographie en phase gazeuse pour pouvoir effectuer les opérations décrites et pour interpréter correctement les résultats.

NOTE 2 Le rapport styrène/butadiène/isoprène déterminé par cette méthode d'essai est affecté par la présence de résine et par une teneur élevée en soufre.

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 1407:2011, *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 styrène/butadiène/isoprène connus et à l'analyse des produits de pyrolyse par chromatographie en phase gazeuse afin de déterminer la teneur en pourcentage de chaque composant (styrène, butadiène et isoprène) 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 styrène/butadiène/isoprène dans ces échantillons 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:

- acétone;
- méthanol;
- méthyléthylcétone.

4.2 Gaz vecteur:

- azote;

ou

- 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 en phase gazeuse

5.2.1 Généralités

[ISO 7270-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3410914-d9c5-43a5-becc->

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:

- micro-four;
- 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, diamètres, phases stationnaires et liquides très différents peuvent être utilisées pour la présente partie de l'ISO 7270, l'exigence principale étant de pouvoir séparer parfaitement les produits de pyrolyse volatils des styrène, butadiène et isoprène.

NOTE 1 Des colonnes capillaires présentant une meilleure efficacité de séparation que les colonnes remplies conviennent, mais ne sont pas essentielles.

NOTE 2 Des colonnes capillaires contenant des diméthyl polysiloxanes apolaires et des silicones semi-polaires partiellement modifiés (diphényl-, cyanopropylphényl- ou autre) conviennent.

NOTE 3 Si l'on utilise une colonne capillaire ordinaire (30 m), il est difficile d'obtenir une séparation complète entre l'isobutène et le butadiène. Cela s'explique par le fait que, 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 à proximité du temps de rétention du butadiène. Il est cependant possible de différencier l'isoprène du butadiène, même sans séparation complète, en utilisant les courbes d'étalonnage.

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 échantillons d'essai à partir des échantillons d'étalonnage et échantillon inconnu

6.1.1 Au moins trois échantillons d'étalonnage doivent être utilisés pour la préparation des courbes d'étalonnage, y compris un échantillon d'étalonnage avec la composition prévue de l'échantillon d'essai inconnu.

6.1.2 Il convient, de préférence, que la nature (brute, non vulcanisée ou vulcanisée) des échantillons d'étalonnage soit la même que celle de l'échantillon inconnu soumis à essai.

6.1.3 Les additifs et les huiles d'extension ou de traitement, à la fois dans les échantillons d'étalonnage et l'échantillon d'essai inconnu, doivent être extraits conformément à l'ISO 1407:2011, méthode B, en utilisant un solvant approprié au type de mélange concerné (vulcanisé ou non). Le solvant choisi ne doit pas affecter le polymère et doit éliminer autant d'additifs et d'huiles d'extension ou de traitement que possible. Tous les échantillons doivent être séchés après extraction, en utilisant le mode opératoire de séchage spécifié dans la méthode B de l'ISO 1407:2011.

NOTE Les huiles d'extension et de traitement peuvent provoquer des interférences importantes.

6.1.4 À partir des échantillons extraits, prélever des échantillons d'essai de masses adaptées au pyrolyseur utilisé et aussi petites et aussi égales que possible pour améliorer la reproductibilité.

NOTE La masse est en général comprise entre 0,1 mg et 5 mg, selon le pyrolyseur.

6.2 Conditions d'essai

6.2.1 Les conditions d'essai, y compris la température de pyrolyse, doivent être les mêmes pour la préparation des courbes d'étalonnage et l'analyse de l'échantillon inconnu.

6.2.2 Une température de pyrolyse appropriée est comprise entre 500 °C et 600 °C pour un micro-four ou pour un pyrolyseur à point de Curie, et comprise entre 600 °C et 750 °C pour un pyrolyseur à filaments de platine.

6.2.3 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 chaque ensemble de conditions.

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

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

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

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

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

Pyrolyse	
Dispositif	Pyrolyseur à point de Curie
Température de pyrolyse/temps	590 °C/3 s
Colonne chromatographique en phase gazeuse	
Phase liquide	20 % de silicone 710/Chromosorb de maille W (60 à 80)
Diamètre de la colonne/matériau	Diamètre intérieur: 3 mm/acier inoxydable
Longueur de la colonne	3 m
Conditions chromatographiques	
Gaz vecteur	Hélium
Type de détecteur	FID
Programme de température	
Isotherme pendant 2 min à 50 °C	
puis augmentation de 10 °C/min de 50 °C à 220 °C	
puis isotherme pendant 10 min à 220 °C	



Légende

- X temps (min)
 1 butadiène
 2 isoprène
 3 styrène

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