
**Caoutchouc — Identification —
Méthodes spectrométriques dans
l'infrarouge**

Rubber — Identification — Infrared spectrometric methods

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

[ISO 4650:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4650:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>



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
3.1 Analyse par transmission	1
3.2 Analyse par réflexion.....	1
4 Types de caoutchouc	2
4.1 Généralités.....	2
4.2 Exceptions pour les mélanges de caoutchoucs	3
4.3 Spectres de référence	4
5 Réactifs	4
6 Appareillage	4
7 Mode opératoire pour examen par spectrométrie infrarouge en utilisant la technique par transmission	6
7.1 Mode opératoire pour films de caoutchouc brut moulés ou obtenus à partir d'une solution	6
7.2 Mode opératoire pour caoutchoucs bruts, vulcanisats et films obtenus à partir d'un pyrolysate	6
7.3 Mode opératoire pour film de caoutchouc vulcanisé obtenu après évaporation du solvant d'une solution	7
8 Mode opératoire pour la réflexion totale atténuée (ATR ou micro-ATR): analyse de surface	8
9 Interprétation des spectres	9
9.1 Spectres de référence	9
9.2 Tables d'absorptions caractéristiques.....	9
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Comparaison des spectres obtenus par réflexion ou par transmission	11
Annexe B (informative) Absorptions caractéristiques et spectres de référence	12
Bibliographie	90

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 4650 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4650:2005), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>

Caoutchouc — Identification — Méthodes spectrométriques dans l'infrarouge

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes pour l'identification des caoutchoucs, y compris les élastomères thermoplastiques, soit à l'état brut soit sous forme de mélanges, vulcanisés ou non. La première méthode est basée sur l'examen spectroscopique en rayonnement infrarouge utilisant la technique par transmission. La seconde méthode utilise l'analyse par réflexion.

Une comparaison des spectres obtenus par réflexion (ATR, de l'anglais «attenuated total reflectance») et par transmission (film) est donnée dans l'Annexe A.

Les deux méthodes consistent à examiner les polymères à partir de leurs produits de pyrolyse (pyrolysats), ou à partir de films obtenus par solution ou par moulage (pour les caoutchoucs bruts uniquement).

Des spectres types sont donnés dans l'Annexe B.

Le principe de ces méthodes implique que la préparation des échantillons et l'analyse des spectres infrarouges soient réalisées par un personnel expérimenté et que l'équipement utilisé pour la production des spectres soit utilisé selon les instructions du fabricant en vue d'obtenir les performances optimales. Les détails relatifs à l'utilisation des spectromètres infrarouges ne sont pas inclus dans la présente Norme internationale.

Les méthodes spécifiées sont uniquement des méthodes qualitatives.

[ISO 4650:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

2 Références normatives [362f165b1750/iso-4650-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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*

ISO 18064, *Élastomères thermoplastiques — Nomenclature et termes abrégés*

3 Principe

3.1 Analyse par transmission

Le matériau extractible est tout d'abord prélevé d'un échantillon de caoutchouc, et le caoutchouc est alors préparé dans des conditions précises pour spectroscopie sous forme de film polymère brut, pyrolysats vulcanisés ou film vulcanisé. Le spectre infrarouge est enregistré et puis interprété par comparaison avec un jeu de spectres types de référence.

3.2 Analyse par réflexion

Cette technique est directement applicable aux caoutchoucs bruts et aux caoutchoucs vulcanisés ou non. Pour ces deux derniers, la présence d'ingrédients organiques ou minéraux peut affecter l'interprétation des spectres.

4 Types de caoutchouc

4.1 Généralités

Les deux méthodes sont applicables aux caoutchoucs à l'état brut et, lorsqu'ils sont sous la forme de mélange, à l'état vulcanisé ou non. Elles sont applicables aux types de caoutchoucs suivants, se trouvant seuls ou en mélanges binaires, quand la teneur du composant en plus faible proportion est comprise, en général, entre 10 % et 20 % en masse dans le mélange (voir cependant les exceptions en 4.2).

4.1.1 Groupe M

4.1.1.1 Caoutchouc acrylique (ACM): Copolymères d'acrylate d'éthyle (ou d'autres acrylates) et une faible quantité d'un monomère qui facilite la vulcanisation.

4.1.1.2 Copolymères d'acrylate d'éthyle (ou d'autres acrylates) et d'éthylène (AEM).

4.1.1.3 Polyéthylène chloré (CM) et polyéthylène chlorosulfoné (CSM): La méthode ne permet pas de différencier le CM du CSM, et ne permet pas de différencier les différents types de CSM.

4.1.1.4 Copolymères d'éthylène et de propylène (EPM) et terpolymère d'éthylène, de propylène et d'un diène (EPDM): Les deux méthodes ne permettent pas de différencier les deux types de polymères. Cependant, l'examen du spectre donne quelques informations sur les proportions de l'éthylène par rapport au propylène.

iTeh STANDARD PREVIEW

4.1.1.5 Caoutchoucs fluorocarbonés (FKM): L'examen du pyrolysate peut donner quelques informations sur les différentes qualités de caoutchoucs fluorocarbonés présents.

[ISO 4650:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

4.1.2 Groupe O

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>

4.1.2.1 Polychlorométhyloxyrane (CO): Copolymères d'oxyde d'éthylène et de chlorométhyloxyrane (ECO) et terpolymères d'épichlorhydrine, d'oxyde d'éthylène d'éther allylique glycidique (GECO). L'examen du pyrolysate ne permet pas de distinguer les différents types de CO.

4.1.3 Groupe Q

4.1.3.1 Polyméthylsiloxane (MQ), polyphénylméthylsiloxane (PMQ) et polyméthylfluorosiloxane (FMQ): L'examen du pyrolysate permet de différencier les PMQ des MQ.

4.1.4 Groupe R

4.1.4.1 Caoutchouc butadiène (BR): L'examen du pyrolysate ne permet pas de différencier des caoutchoucs butadiènes ayant des proportions différentes d'isomères. Cependant, l'examen d'un film de caoutchouc brut permet de donner quelques indications sur la proportion des isomères.

4.1.4.2 Caoutchouc chloroprène (CR): La méthode ne permet pas de distinguer les différents types de CR.

4.1.4.3 Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR) et caoutchoucs isobutène-isoprène avec un halogène (BIIR et CIIR) et terpolymère d'isobutylène, de paraméthylstyrène et de bromoparaméthylstyrène (BIMS): Dans les conditions utilisées pour la méthode, il n'est pas possible de distinguer les IIR, BIIR, CIIR et polyisobutènes.

4.1.4.4 Caoutchouc naturel (NR) et caoutchouc isoprène synthétique (IR): Le caoutchouc naturel (polyisoprène 1-4 *cis*), gutta-percha, balata (polyisoprène 1-4 *trans*) et le caoutchouc isoprène synthétique, quelle que soit leur microstructure, (1,4-*cis*, 1,4-*trans* ou 3,4-) sont inclus dans cette rubrique.

4.1.4.4.1 L'examen d'un film de caoutchouc brut permet d'identifier les polyisoprènes 1-4 *cis*, 1-4 *trans* et 3-4; pour les caoutchoucs non extraits, il permet de distinguer le caoutchouc naturel du caoutchouc synthétique isoprène 1,4-*cis*, et les polyisoprènes 1,4-*trans* naturels de leurs homologues synthétiques. L'examen d'un film obtenu à partir de vulcanisat ne fournit aucune information sur la microstructure du polyisoprène, ni sur son origine naturelle ou synthétique.

4.1.4.5 Caoutchouc butadiène-nitrile acrylique (NBR): Les méthodes permettent de distinguer les caoutchoucs butadiène-nitrile acrylique carboxylés (XNBR) des caoutchoucs butadiène-nitrile acrylique hydrogénés (HNBR). Les associations de copolymères de butadiène et PVC sont incluses. L'examen du film obtenu du pyrolysat donne quelques indications sur la teneur en acrylonitrile.

4.1.4.6 Caoutchouc butadiène-styrène (SBR): Les méthodes permettent de distinguer les caoutchoucs α -méthylstyrène-butadiène des caoutchoucs styrène-butadiène. Les copolymères du styrène et du butadiène, ainsi que leurs dérivés substitués (par exemple, α -méthylstyrène), sont inclus. L'examen du pyrolysat ne permet pas de distinguer les caoutchoucs polymérisés en émulsion de ceux qui sont polymérisés en solution. Cependant, l'examen d'un spectre permet de donner quelques indications sur la proportion des monomères.

4.1.4.7 Polynorbornène.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1.5 Groupe T

4.1.5.1 Caoutchoucs polysulfure.

[ISO 4650:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

4.1.6 Groupe U

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>

4.1.6.1 Polyesteruréthane (AU) et polyétheruréthane (EU): Les méthodes couvrent uniquement les polyuréthanes malaxables.

4.1.7 Groupe TPE

4.1.7.1 Tel que défini dans l'ISO 18064.

4.2 Exceptions pour les mélanges de caoutchoucs

4.2.1 L'analyse d'un caoutchouc éthylène-propylène mélangé avec d'autres caoutchoucs présente des difficultés lorsque la teneur en éthylène-propylène est inférieure à 40 %.

4.2.2 Dans le cas d'association de caoutchouc éthylène-propylène avec des polyéthylènes chlorés et/ou des polyéthylènes chlorosulfonés, les méthodes ne permettent pas de distinguer ces différentes qualités entre elles.

4.2.3 L'analyse d'un mélange de caoutchouc naturel et/ou de caoutchouc synthétique polyisoprène et chloroprène peut présenter des difficultés, et l'identification d'un ingrédient mineur n'est possible que lorsque la teneur est supérieure ou égale à 30 % dans le mélange.

4.2.4 Les méthodes ne permettent pas de distinguer un NBR d'un mélange NBR/BR ou d'un mélange BR, ni de distinguer un SBR d'un mélange SBR/BR ou d'un mélange SBR.

4.2.5 La présence de quantités importantes de soufre dans un vulcanisat peut affecter certains groupes caractéristiques.

4.2.6 Les méthodes ne permettent pas de distinguer un mélange NBR/PVC d'un mélange PVC avec d'autres polymères ou additifs halogénés.

4.3 Spectres de référence

Des tableaux de valeurs d'absorption et spectres de références de 4 000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} pour des caoutchoucs types sont donnés dans l'Annexe B.

5 Réactifs

5.1 Azote, en bouteille sous pression.

5.2 Solvants pour l'extraction, choisis pour obtenir l'extraction maximale (des solvants de remplacement peuvent être utilisés à condition qu'il soit démontré qu'ils n'interfèrent pas dans l'interprétation du spectre infrarouge):

5.2.1 Méthanol.

5.2.2 Acétone.

5.3 Solvants pour la dissolution du caoutchouc et la préparation du film, anhydres et exempts de résidus (voir ISO 1407):

5.3.1 Chloroforme.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>

5.3.2 Dichloro-1,2 benzène.

5.4 Sulfate de sodium, anhydre.

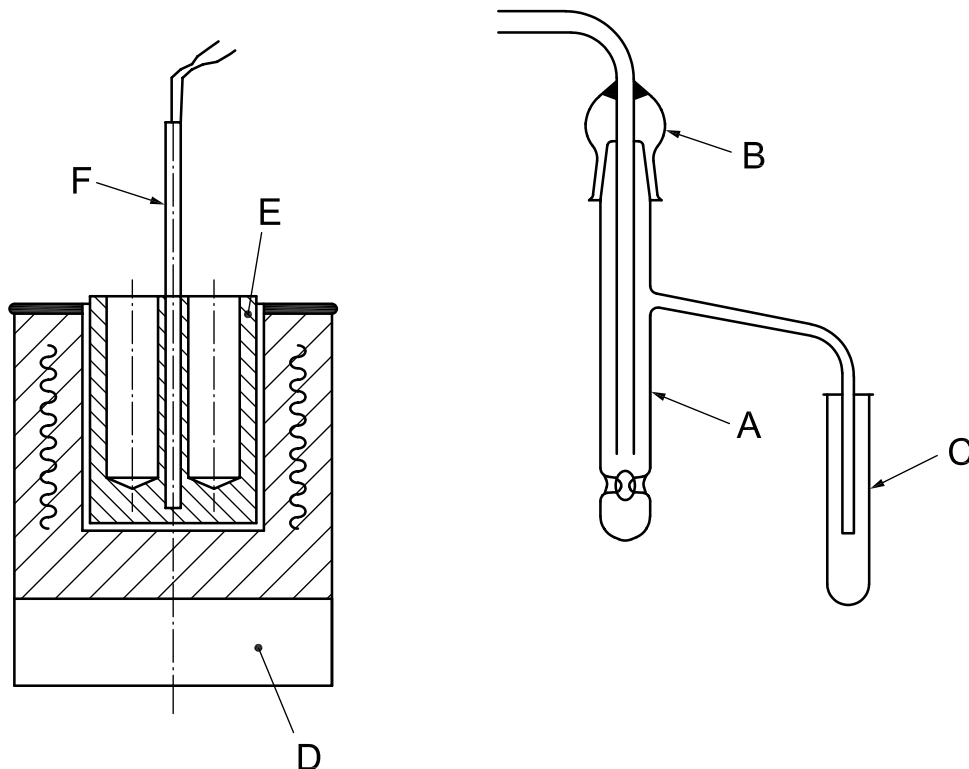
5.5 Papier indicateur de pH universel.

6 Appareillage

6.1 Appareil à extraction.

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

6.2 Appareil à pyrolyse (voir Figure 1), consistant en un tube de verre A ayant, à l'intérieur, des pointes pour empêcher l'échantillon de tomber au fond, 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 thermorégulé D possède un bloc d'aluminium E avec des trous pour un ou plusieurs tubes A.



Légende

- A tube en verre pour l'échantillon
- B ouverture rodée
- C tube collecteur
- D four électrique thermorégulé
- E bloc d'aluminium, avec des trous pour recevoir les tubes
- F thermocouple

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4650:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-022e05050202/iso-4650-2012>

Figure 1 — Appareillage à pyrolyse à température contrôlée

6.3 Pipettes capillaires.

6.4 **Étuve**, pouvant être maintenue à $200\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

6.5 **Bain d'eau**.

6.6 **Lames polies de bromure de potassium**.

D'autres matériaux de transmission infrarouge peuvent être utilisés s'ils présentent une transmittance suffisante pour les analyses dans une plage de nombre d'ondes compris entre $4\ 000\text{ cm}^{-1}$ et 600 cm^{-1} .

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

6.8 **Spectromètre infrarouge**, soit à transformée de Fourier transformée ou de type dispersif, avec une plage de nombre d'ondes de $4\ 000\text{ cm}^{-1}$ à 600 cm^{-1} et une résolution spectrale d'au moins 4 cm^{-1} .

6.9 **Accessoire ATR avec un cristal approprié** (par exemple diamant, ZnSe ou Ge).

7 Mode opératoire pour examen par spectrométrie infrarouge en utilisant la technique par transmission

7.1 Mode opératoire pour films de caoutchouc brut moulés ou obtenus à partir d'une solution

7.1.1 En utilisant un solvant adapté (voir 5.2), extraire une prise d'essai d'un échantillon de 2 g à 5 g conformément au mode opératoire donné dans l'ISO 1407.

7.1.2 Dissoudre une quantité suffisante du caoutchouc extrait dans un solvant adapté (voir 5.3), à température ambiante ou à reflux, pour obtenir une solution concentrée.

7.1.3 Placer quelques gouttes de la solution concentrée sur une lame de bromure de potassium (6.6) et laisser le solvant s'évaporer.

7.1.4 Des films de caoutchouc brut d'épaisseur appropriée peuvent également être obtenus par moulage.

7.1.5 Enregistrer le spectre de $4\ 000\text{ cm}^{-1}$ à 600 cm^{-1} en utilisant le spectromètre infrarouge (6.8).

7.1.6 Après enregistrement du spectre, vérifier l'absence de bandes relatives au solvant et vérifier que les bandes du spectre ne sont ni saturées ni de trop faible amplitude. Si ces conditions ne sont pas atteintes, répéter le mode opératoire de préparation sur un échantillon d'essai frais et enregistrer un nouveau spectre.

7.1.7 Un essai pour les halogènes peut être réalisé comme décrit en 7.2.1.4.

7.2 Mode opératoire pour caoutchoucs bruts, vulcanisats et films obtenus à partir d'un pyrolysat

NOTE Les méthodes décrites en 7.2.1 et 7.2.2 peuvent donner des intensités d'absorption relatives différentes pour les polymères d'un mélange donné.

7.2.1 Méthode préférentielle: pyrolyse à température contrôlée dans un courant d'azote

7.2.1.1 Extraire un échantillon d'essai de 2 g à 5 g conformément au mode opératoire donné dans l'ISO 1407.

7.2.1.2 Selon la nature de la composition du vulcanisat inconnu et du type d'appareil utilisé, placer 0,5 g à 2 g de l'échantillon d'essai extrait et séché dans le tube à pyrolyse A (voir Figure 1).

7.2.1.3 Introduire une petite quantité de sulfate de sodium dans le tube collecteur C pour absorber l'eau produite pendant la pyrolyse.

7.2.1.4 Réaliser un essai pour les halogènes, par exemple en plaçant un morceau de papier indicateur humide (5.5) devant l'ouverture du tube collecteur. Une couleur d'acide, pH 1 à pH 2, indique la présence d'halogène. Les résidus d'additifs halogénés présents dans le vulcanisat peuvent interférer. D'autres méthodes appropriées de détection des halogènes peuvent également être utilisées.

7.2.1.5 Porter le four électrique D à $525\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ et maintenir cette plage de température. Cette plage de température est recommandée pour obtenir une pyrolyse rapide sans dégradation excessive ni carbonisation. Cependant, une température de 475 °C est conseillée, pour obtenir une quantité maximale de pyrolysat pour les caoutchoucs NR, IR, BR, SBR, IIR, BIIR et CIIR.

7.2.1.6 Faire passer un léger courant d'azote à travers le tube à pyrolyse A et introduire le tube contenant la prise d'essai préparé avec de l'azote (5.1) 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 $10 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 2 \text{ cm}^3/\text{min}$.

7.2.1.7 Maintenir le chauffage jusqu'à distillation complète, c'est-à-dire pendant 15 min environ.

7.2.1.8 Placer quelques gouttes du pyrolysat homogénéisé entre deux lames de bromure de potassium et monter l'ensemble dans le spectromètre infrarouge. Obtenir le spectre immédiatement après la pyrolyse pour éviter toute oxydation.

7.2.1.9 Enregistrer le spectre infrarouge de $4\,000 \text{ cm}^{-1}$ à 600 cm^{-1} , en procédant aux mêmes vérifications que celles décrites en 7.1.6.

7.2.2 Méthode alternative: pyrolyse à l'aide d'une flamme de gaz

7.2.2.1 Une pyrolyse rapide peut être réalisée dans un tube d'essai en remplacement des modes opératoires décrits en 7.2.1.2, 7.2.1.3, 7.2.1.5, 7.2.1.6 et 7.2.1.7.

7.3 Mode opératoire pour film de caoutchouc vulcanisé obtenu après évaporation du solvant d'une solution

NOTE Les méthodes décrites en 7.3.1 et 7.3.2 peuvent donner des intensités d'absorption relatives différentes pour les polymères d'un mélange donné. Les films obtenus par la méthode décrite en 7.3.2 peuvent contenir une plus forte proportion du polymère le moins stable thermiquement.

7.3.1 Dissolution du vulcanisat

ISO 4650:2012

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362403975935-iso-4650>

7.3.1.1 Préparer une prise d'essai d'environ 2 g (ou 6 g si la présence de caoutchouc chloroprène est suspectée) (voir 7.3.1.2 et 7.3.1.3) et procéder à l'extraction comme décrit dans l'ISO 1407.

7.3.1.2 Pyrolyser approximativement 1 g de la prise d'essai préparé et faire l'essai de recherche de l'halogène comme décrit en 7.2.1.4.

7.3.1.3 En cas d'absence de caoutchouc chloroprène, placer 1 g de la prise d'essai préparée en 7.3.1.1 et 50 cm^3 d'un solvant approprié au type de caoutchouc (voir 5.3) (le 1 dichloro-1,2 benzène est suggéré) dans une fiole de 100 cm^3 surmontée d'un réfrigérant à reflux. En cas de présence de caoutchouc chloroprène, placer environ 5 g de la prise d'essai préparée en 7.3.1.1 avec 200 cm^3 de solvant dans une fiole de 500 cm^3 surmontée d'un réfrigérant à reflux.

Chauffer le contenu jusqu'à ce que l'échantillon d'essai soit dissous.

Le temps nécessaire pour une dissolution suffisante varie selon le caoutchouc, par exemple. 3 h à 4 h pour le NR; 12 h pour le CR. Pour réduire le risqué de modification de la structure moléculaire du caoutchouc, ne pas dépasser 12 h de chauffage.

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

7.3.1.5 Si le caoutchouc contient du noir de carbone, ajouter 10 g à 20 g de l'agent de filtration (6.7) et filtrer à travers le papier filtre. Si le filtrat contient du noir de carbone, répéter la filtration avec plus d'agent de filtration.

NOTE Du caoutchouc butadiène-acrylonitrile (NBR) peut être retenu par le papier filtre.

7.3.1.6 Concentrer la solution centrifugée ou filtrée à un volume réduit sous un courant d'azote (5.1) ou sous pression réduite.

7.3.1.7 Évaporer quelques gouttes de la solution concentrée sur une lame de bromure de potassium.

7.3.1.8 Enregistrer le spectre infrarouge de 4 000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} , en procédant aux mêmes vérifications que celles décrites en 7.1.6.

7.3.2 Dégradation thermique modérée des vulcanisats

7.3.2.1 Cette technique ne doit pas être utilisée sur des mélanges qui peuvent contenir du caoutchouc chloroprène.

7.3.2.2 Préparer une prise d'essai de 2 g comme décrit en 7.2.1.1

7.3.2.3 Placer la prise d'essai préparée dans un tube à essai fermé avec de la laine de verre et chauffer pendant environ 10 min dans une étuve (6.4) contrôlée à 200 °C \pm 5 °C (une température de 180 °C est conseillée pour les caoutchoucs NR, IR, BR, SBR, IIR, BIIR et CIIR).

7.3.2.4 Laisser refroidir la prise d'essai, la transférer dans une fiole de 100 cm^3 surmontée d'un réfrigérant à reflux et ajouter 50 cm^3 de chloroforme (5.3.1) dans la fiole. Placer la fiole dans un bain d'eau chaude.

7.3.2.5 Laisser reposer la fiole et son contenu pendant environ 30 min dans le bain d'eau, avec le solvant au reflux, pour effectuer la dissolution du caoutchouc dégradé.

7.3.2.6 Filtrer le mélange obtenu en 7.3.2.5 à travers un papier filtre pour enlever le vulcanisat non dissous et les charges. Si du noir de carbone est rejeté par le vulcanisat, ajouter une petite quantité de l'agent de filtration (6.7) à la solution, avant filtration.

7.3.2.7 Lorsqu'il est suspecté que le filtrat obtenu en 7.3.2.6 contient des produits autres que le caoutchouc qui pourraient interférer dans l'interprétation du spectre final, précipiter le polymère dans le filtrat obtenu en 7.3.2.6 en utilisant du méthanol. Filtrer le polymère récupéré et le dissoudre à nouveau dans du chloroforme (5.3.1).

7.3.2.8 Évaporer quelques gouttes de la solution de chloroforme sur une lame de bromure de potassium (6.6) pour donner une épaisseur de film adaptée pour la production d'un spectre exploitable.

7.3.2.9 Enregistrer le spectre infrarouge de 4 000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} , en procédant aux mêmes vérifications que celles décrites en 7.1.6.

8 Mode opératoire pour la réflexion totale atténuée (ATR ou micro-ATR): analyse de surface

8.1 Procéder à l'extraction de l'échantillon conformément à l'ISO 1407 en utilisant le solvant adapté ou nettoyer la surface de l'échantillon à l'aide de ce solvant, puis le sécher rapidement afin d'éliminer toutes traces de solvant.

8.2 Nettoyer la surface du cristal avant essai.

8.3 Placer l'échantillon sur le cristal en assurant un bon contact.

8.4 Enregistrer le spectre.

NOTE La présence de certaines charges minérales peut masquer le spectre du polymère. Elles peuvent parfois être éliminées par des attaques chimiques spécifiques de surface, dans des conditions particulières.

9 Interprétation des spectres

9.1 Spectres de référence

9.1.1 En raison des différents modes de présentation des spectres, il peut être nécessaire de préparer un jeu de spectres de référence en utilisant le même spectromètre infrarouge avant de procéder à l'analyse des échantillons inconnus.

9.1.2 Les spectres de référence doivent être réalisés à partir d'échantillons d'essai de composition connue, en suivant le mode opératoire utilisé pour les échantillons inconnus.

9.1.3 Les spectres de mélanges ne sont pas donnés dans l'Annexe B en raison de la multiplicité de combinaisons et de proportions de polymères. Il convient que chaque laboratoire prépare sa propre bibliothèque à partir de l'échantillon 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 dans les spectres. Des spectres réalisés à des moments différents peuvent ne pas être identiques quant à la hauteur des pics et l'intensité d'absorption.

9.1.5 Dans tous les cas, les spectres doivent être interprétés en tenant compte de l'essai de recherche de l'halogène.

9.1.6 La comparaison entre le spectre d'essai et les spectres de référence doit prendre en compte la position, le nombre, l'intensité relative et la forme des bandes d'absorption. Toute bande d'absorption non attendue doit être également interprétée. Il est essentiel que toutes les bandes soient examinées, indépendamment de leur nombre.

9.2 Tables d'absorptions caractéristiques

9.2.1 Les tableaux de valeurs d'absorptions caractéristiques donnés dans l'Annexe B ne doivent être utilisés que conjointement avec les spectres de référence. Leur but est d'indiquer les absorptions principales.

9.2.2 Les tables servent à compléter les spectres de référence en attirant l'attention sur les bandes d'absorption absentes, permettant l'élimination de certains caoutchoucs lorsque des ambiguïtés peuvent apparaître.

9.2.3 Les absorptions caractéristiques sont classées par nombre d'onde croissant. Une absorption caractéristique est une absorption dont les caractéristiques sont reconnues par un analyste expérimenté comme étant significatives dans l'identification du caoutchouc. Ces particularités, associées à certaines caractéristiques de composition ou de structure des pyrolysats et des films, sont reproductibles dans le sens où elles ne sont pas sérieusement influencées par des variations modérées dans les conditions de pyrolyse ou de dissolution.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) détails relatifs à l'échantillon:
 - 1) une description complète de l'échantillon,
 - 2) la méthode de préparation des éprouvettes/prises d'essai à partir des échantillons, si nécessaire;
- b) méthode d'essai:
 - 1) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 4650,
 - 2) le mode opératoire utilisé (film ou ATR);
- c) détails relatifs à tout mode opératoire non spécifié dans la présente Norme internationale;
- d) résultats d'essai, c'est-à-dire l'identification du (des) caoutchouc(s) dans l'échantillon;
- e) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

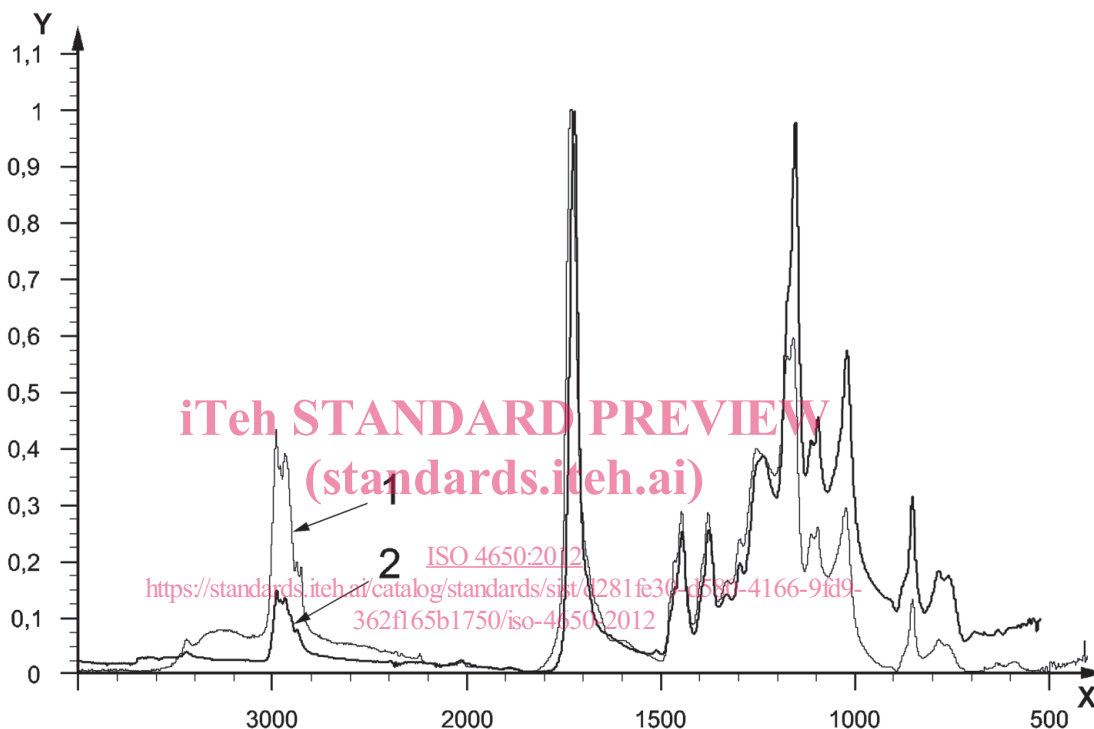
[ISO 4650:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d281fe30-d580-4166-9fd9-362f165b1750/iso-4650-2012>

Annexe A (informative)

Comparaison des spectres obtenus par réflexion ou par transmission

Les spectres obtenus par réflexion (ATR) ou par transmission (film) diffèrent uniquement par l'intensité de leur bande d'absorption. La Figure A.1 donne un exemple de comparaison de ces spectres.



Légende

- X nombre d'onde, cm^{-1}
 Y absorbance, %
 1 spectre par transmission (film)
 2 spectre ATR

Figure A.1 — Caoutchouc acrylique (ACM) — Comparaison des spectres par transmission (film) et ATR