

---

---

**Caoutchouc — Identification des  
polymères — Méthode par pyrolyse  
et chromatographie en phase gazeuse  
avec détection par spectrométrie de  
masse**

*Rubber — Identification of polymers — Pyrolytic gas-  
chromatographic method using mass-spectrometric detection*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 17257:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-  
2a92cfc36ea8/iso-17257-2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013)



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

ISO 17257:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1 Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3 Liste des caoutchoucs</b> .....	<b>1</b>
3.1 Groupe M.....	1
3.2 Groupe O.....	2
3.3 Groupe Q.....	2
3.4 Groupe R.....	2
3.5 Associations de caoutchoucs.....	2
<b>4 Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5 Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6 Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7 Conditions opératoire</b> .....	<b>4</b>
7.1 Généralités.....	4
7.2 Réglage du chromatographe.....	4
7.3 Extraction.....	4
7.4 Prise d'essai.....	4
7.5 Pyrolyse.....	4
<b>8 Interprétation des résultats</b> .....	<b>4</b>
8.1 Généralités.....	4
8.2 Groupe M.....	4
8.3 Groupe O.....	5
8.4 Groupe Q.....	5
8.5 Groupe R.....	5
<b>9 Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Schéma de principe d'un équipement de chromatographie</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B (informative) Exemples de conditions opératoires</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe C (informative) Exemples de chromatogrammes</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe D (informative) Composés chimiques identifiés dans les pyrolysats d'élastomères</b> .....	<b>11</b>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a921f36ea8/iso-17257-2013>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

# Caoutchouc — Identification des polymères — Méthode par pyrolyse et chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fournit une méthode qualitative pour l'identification des caoutchoucs par leurs produits de pyrolyse en utilisant conjointement la chromatographie en phase gazeuse et la spectrographie de masse.

La méthode s'applique aux caoutchoucs à l'état brut et aux mélanges vulcanisés ou non. Dans les mélanges, les caoutchoucs peuvent être seuls ou associés. Lorsque le niveau d'un caoutchouc particulier dans un mélange est < 10 %, la détection et l'identification peuvent s'avérer difficiles.

Une liste non limitative de caoutchoucs est donnée à [l'Article 3](#).

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à son application. 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 1629, *Caoutchouc et latex — Nomenclature*  
<https://standards.itec.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013>

## 3 Liste des caoutchoucs

La liste suivante n'est pas limitative.

Les caoutchoucs sont présentés suivant la norme ISO 1629.

### 3.1 Groupe M

#### 3.1.1 Polyéthylène chloré (CM)

#### 3.1.2 Polyéthylène chlorosulfoné (CSM)

#### 3.1.3 Copolymère d'éthylène et de propylène (EPM) et terpolymère d'éthylène, de propylène et d'un diène (EPDM)

La méthode ne permet pas de les différencier.

#### 3.1.4 Caoutchoucs perfluorés sur la chaîne polymérique, perfluoroalkylés ou perfluoroalkoxylés (FKM)

La méthode ne permet pas de les différencier.

## 3.2 Groupe O

### 3.2.1 Homopolymère d'épichlorhydrine (CO), copolymère d'oxyde d'éthylène d'épichlorhydrine (ECO) et terpolymère d'épichlorhydrine, d'oxyde d'éthylène d'éther allylique glycidyle (GECO)

La méthode ne permet pas de les différencier.

## 3.3 Groupe Q

### 3.3.1 Polysiloxanes (MQ, VMQ, PVMQ)

La méthode ne permet pas de différencier MQ de VMQ, mais permet de différencier PVMQ des deux autres polymères.

## 3.4 Groupe R

### 3.4.1 Caoutchouc butadiène (BR)

### 3.4.2 Caoutchouc chloroprène (CR)

### 3.4.3 Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR), IIR chloré (CIIR) et IIR bromé (BIIR)

La méthode ne permet pas de les différencier.

### 3.4.4 Caoutchouc naturel (NR) et caoutchouc isoprène synthétique (IR)

La méthode ne permet pas de les différencier.

### 3.4.5 Caoutchouc butadiène-nitrile acrylique (NBR), hydrogéné (HNBR) et carboxylé (XNBR)

La méthode permet seulement de différencier le HNBR des deux autres polymères (NBR et XNBR).

### 3.4.6 Caoutchouc butadiène-styrène (SBR)

La méthode permet de distinguer les caoutchoucs butadiène- $\alpha$ -méthylstyrène des caoutchoucs butadiène-styrène.

## 3.5 Associations de caoutchoucs

Dans les associations copolymère-homopolymère ayant un monomère commun (par exemple: SBR/BR, NBR/BR), la technique ne permet pas de distinguer l'homopolymère.

Cette remarque est également valable pour des associations avec des terpolymères.

## 4 Principe

4.1 Les caoutchoucs crus, ou les mélanges de caoutchoucs vulcanisés ou non qui ont préalablement été extrait par un solvant sont pyrolysés et les pyrolysats sont analysés par chromatographie en phase gazeuse avec une détection par spectrographie de masse.

4.2 L'interprétation des résultats se fait d'après l'examen des spectres de masse des pics chromatographiques spécifiques.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue.

**5.1 Solvants** pour l'extraction conformes à l'ISO 1407.

**5.2 Gaz vecteur inerte.**

## 6 Appareillage

**6.1** Appareil d'extraction conforme à l'ISO 1407.

**6.2** L'équipement chromatographique est composé de trois parties associées:

- a) dispositif de pyrolyse;
- b) chromatographe équipé de colonnes de chromatographie;
- c) détecteur de masse travaillant en mode impact électronique.

Ces éléments sont reliés à un système d'acquisition et de traitement des données.

Un schéma de principe de chromatographe est donné dans l'[Annexe A](#).

### 6.2.1 Dispositif de pyrolyse

Les polymères, non volatils, sont décomposés à température élevée en produits volatils donc chromatographiables. Afin d'obtenir des décompositions reproductibles, il est nécessaire d'établir séparément les paramètres de pyrolyse (température, durée).

Divers types d'appareillages donnant une pyrolyse éclair et reproductible sont disponibles. Les plus courants sont au nombre de trois:

- pyrolyseur à filament de platine;
- pyrolyseur à point de Curie;
- pyrolyseur à microfour.

### 6.2.2 Colonnes chromatographiques

#### 6.2.2.1 Généralités

Il existe plusieurs catégories de colonnes chromatographiques disponibles sur le marché. Elles se caractérisent par:

- la nature du matériau constituant le tube (en général silice recouverte d'un polymère, d'aluminium ou d'acier inoxydable désactivé, etc.);
- la longueur de la colonne;
- le diamètre de la colonne;
- la nature, l'épaisseur, et la polarité de la phase stationnaire déposée sur la surface interne du tube capillaire.

La colonne doit être choisie en tenant compte de son efficacité de séparation (nombre de plateaux théoriques) et de la polarité relative des différents composés générés lors de la pyrolyse des caoutchoucs.

### 6.2.2.2 Exemples de colonnes capillaires utilisables

- a) Colonne capillaire en silice fondue de diamètre 0,32 mm et de 30 m, de type apolaire. Film de phase stationnaire de type diméthyl polysiloxane, d'épaisseur 1 µm;
- b) Colonne capillaire en silice fondue de diamètre 0,32 mm et de 30 m, de type polaire. Film de phase stationnaire de type polyéthylène glycol, d'épaisseur 0,5 µm.

## 7 Conditions opératoire

### 7.1 Généralités

La reproductibilité est garantie par la vérification de la conformité de l'appareil et du respect des modes opératoires.

### 7.2 Réglage du chromatographe

Ajuster les différents réglages du chromatographe selon les conditions opératoires retenues.

Pour information, des conditions opératoires typiques sont données en [Annexe B](#).

### 7.3 Extraction

Procéder à l'extraction conformément à l'ISO 1407. Le résidu caoutchouc est séché jusqu'à masse constante.

NOTE Cette extraction préalable n'est pas obligatoire mais permet d'éliminer les constituants du mélange qui dans certains cas peuvent interférer avec les produits issus de la pyrolyse.

### 7.4 Prise d'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cf36ea8/iso-17257-2013>

Prélever une prise d'essai de masse appropriée à l'équipement utilisé, en général de l'ordre de 0,1 mg.

### 7.5 Pyrolyse

Placer la prise d'essai dans le dispositif de pyrolyse et purger le temps nécessaire.

Pyrolyser à une température comprise entre 400 °C et 800 °C; habituellement la température de pyrolyse est voisine de 600 °C.

Enregistrer les données expérimentales.

## 8 Interprétation des résultats

### 8.1 Généralités

L'identification des caoutchoucs est réalisée en notant la présence de certains produits de décomposition caractéristiques des élastomères et en consultant la bibliothèque de spectres de masse.

Deux exemples de chromatogramme sont présentés en [Annexe C](#).

Les paragraphes suivants listent tous les produits caractéristiques par famille de polymère. Pour l'interprétation des résultats, se reporter à l'[Annexe D](#) en fonction du type de colonne utilisée.

### 8.2 Groupe M

#### 8.2.1 Polyéthylène chloré (CM) et polyéthylène chlorosulfoné (CSM)



- Acide chlorhydrique (CAS 7647-01-0)
- Benzène (CAS 71-43-2)

Il est possible, dans certain cas, de différencier ces deux polymères par la présence de dioxyde de soufre (CAS 7446-09-5).

### 8.2.2 Copolymères éthylène-propylène (EPM) et terpolymères éthylène-propylène-diène (EPDM)

- Propène (CAS 115-07-1)
- 1-Hexène (CAS 592-41-6) ou 1-Pentène, 2-méthyl (CAS 763-29-1)
- 1-Heptène (CAS 592-76-7) ou 1-Hexène, 5-méthyl (CAS 3524-73-0)
- 1-Heptène, 2 méthyl (CAS 15870-10-7)
- 1,3,5-Cycloheptatriène (CAS 544-25-2)

### 8.2.3 Caoutchoucs fluorés substitués sur la chaîne polymérique par des groupes fluorés, perfluoroalkylés ou perfluoroalkoxylés (FKM)

- Ethène,1,1-difluoro (CAS 75-38-7)

## 8.3 Groupe O

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

### 8.3.1 Homopolymère d'épichlorhydrine (CO), copolymère d'oxyde d'éthylène d'épichlorhydrine (ECO) et terpolymère d'épichlorhydrine, d'oxyde d'éthylène d'éther allylique glycidique (GECO)

- Acide chlorhydrique (CAS 7647-01-0)
- Propène, 1-chloro (CAS 590-21-6)

## 8.4 Groupe Q

### 8.4.1 Polysiloxanes (VMQ, PVMQ)

- Cyclotrisiloxane hexaméthyl (CAS 541-05-9)
- Cyclotétrasiloxane, octaméthyl (CAS 556-67-2)
- Cyclopentasiloxane, décaméthyl (CAS 541-02-6)
- Cyclohexasiloxane dodécaméthyl (CAS 540-97-6)

La présence de benzène permet de différencier les polymères PVMQ des VMQ et MQ.

## 8.5 Groupe R

### 8.5.1 Caoutchouc butadiène (BR)

- 1,3-Butadiène (CAS 106-99-0)
- 4-Cyclohexène éthényle ou Cyclohexène 4-vinyle (CAS 100-40-3)

### 8.5.2 Caoutchouc chloroprène (CR)

- Acide chlorhydrique (CAS 7647-01-0)

## ISO 17257:2013(F)

- 1,3-Butadiène - 2-chloro (CAS 126-99-8)
- Cyclohexène - 1-chloro 5-(1-chloroéthényle) (CAS 13547-07-4)
- Cyclohexène - 1-chloro 4-(1-chloroéthényle) (CAS 13547-06-3)

### 8.5.3 Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR), IIR chloré (CIIR) et IIR bromé (BIIR)

- Isobutène (CAS 115-11-7)
- Di-isobutylène ou 1-pentène, 2,4,4-Triméthyle (CAS 107-39-1)
- Tri-isobutylène ou 2 méthylpropane (CAS 7756-94-7)

### 8.5.4 Caoutchouc naturel (NR) ou caoutchouc isoprène synthétique (IR)

- Isoprène (CAS 78-79-5)

Isomères du limonène:

- Cyclohexène 1-méthyle-5-(1-méthyleéthényle) (CAS 13898-73-2)
- Cyclohexène 1-méthyle-4-(1-méthyleéthényle) (CAS 138-86-3)

### 8.5.5 Caoutchouc butadiène-nitrile acrylique (NBR), hydrogéné (HNBR) et carboxylé (XNBR)

#### 8.5.5.1 NBR et XNBR

- 1,3-Butadiène (CAS 106-99-0)
- Cyclohexène 4-éthényle ou Cyclohexène 4-vinyle (CAS 100-40-3)
- 2-Propènenitrile ou Acrylonitrile (CAS 107-13-1)

#### 8.5.5.2 HNBR

- 2-Propènenitrile ou Acrylonitrile (CAS 107-13-1)
- Hexanenitrile ou Capronitrile (CAS 628-73-9)

### 8.5.6 Caoutchouc butadiène-styrène (SBR)

- 1,3-Butadiène (CAS 106-99-0)
- Cyclohexène 4-éthényle ou Cyclohexène 4-vinyle (CAS 100-40-3)
- Ethényle benzène ou Styrene (CAS 100-42-5)

Dans le cas des copolymères butadiène- $\alpha$ -méthylestyrène, il y a un pic important d' $\alpha$ -méthylestyrène ou d'isopropénylebenzène (CAS 98-83-9).

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- détails relatifs à l'échantillon: une description complète de l'échantillon;
- méthode d'essai:
  - une référence à la présente Norme internationale, (c'est-à-dire ISO 17257:2013);

- caractéristiques de la colonne, si nécessaire programme thermique et condition spectrale;
- identification de l'équipement de pyrolyse GC-MS utilisé;
- c) détails relatifs à l'essai: détails relatifs à tout mode opératoire non spécifié dans la présente Norme internationale, le cas échéant;
- d) résultats d'essai:
  - chromatogramme de l'échantillon;
  - identification du (des) caoutchouc(s) dans l'échantillon;
- e) date de l'essai.

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

[ISO 17257:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bfc5a9-4377-47e4-b88f-2a92cfc36ea8/iso-17257-2013>