

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2016-02-10

Vote clos le:
2016-04-10

Caoutchouc — Détermination de la non-saturation résiduelle du caoutchouc nitrile hydrogéné (HNBR) par spectroscopie à infrarouge

Rubber — Determination of residual unsaturation of hydrogenated nitrile rubber (HNBR) by infrared spectroscopy

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c299b005-de81-4a3e-b0ce-28a68d44a9bb/iso-14558-2016>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 14558:2016(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c629b005-de81-4a3e-b0ce-28a68d44a9bb/iso-14558-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Echantillonnage	2
6 Appareillage	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Préparation des échantillons.....	2
7.1.1 Purification par précipitation.....	2
7.1.2 Purification par extraction.....	3
7.1.3 Préparation du film HNBR coulé.....	3
7.2 Obtention des spectres IR.....	3
8 Calculs	3
9 Fidélité	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Exemple d'interprétation et de calcul de spectre infrarouge	6
Annexe B (informative) Fidélité	7
Bibliographie	8

iTech STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c629b005-de81-4a3e-b0ce-28a68d44a9bb/iso-14558-2016>

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information 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](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 14458:2000), dont elle constitue une révision mineure dans laquelle les références normatives ont été mises à jour et où les données de fidélité ont été déplacées dans une [Annexe B](#) informative.

Caoutchouc — Détermination de la non-saturation résiduelle du caoutchouc nitrile hydrogéné (HNBR) par spectroscopie à infrarouge

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour déterminer la non-saturation résiduelle du caoutchouc nitrile hydrogéné (HNBR) en mesurant l'absorbance infrarouge (IR) de films HNBR coulés à partir d'une solution.

La présente Norme internationale suppose que des échantillons et des spectres IR sont préparés et analysés par un personnel expérimenté et que l'équipement est exploité conformément aux instructions du fabricant. Les détails pour l'utilisation d'un spectromètre infrarouge ne sont pas inclus dans la présente méthode.

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

3 Principe

Le HNBR brut non vulcanisé est purifié par précipitation avec du méthanol à partir d'une solution de méthyléthylcétone ou par extraction du HNBR solide avec du méthanol dans un appareil Soxhlet.

L'échantillon purifié est dissous dans du méthyléthylcétone et un film est coulé sur un disque de bromure de potassium (KBr).

Le spectre IR du film est obtenu avec un spectromètre à transformée de Fourier ou avec un spectromètre infrarouge dispersif.

L'«absorbance corrigée» des bandes d'absorption spécifiques pour l'acrylonitrile (AN), le butadiène (BD) et le butadiène hydrogéné (HBD) est déterminée en utilisant la méthode de référence et le pourcentage de non-saturation résiduelle (doubles liaisons dans le butadiène non hydrogéné) est calculé à l'aide de facteurs d'absorbance tirés de la littérature (voir 8.5).

4 Réactifs

Il convient d'utiliser de préférence des produits chimiques de qualité «réactifs» dans toutes les déterminations. D'autres qualités peuvent être utilisées à condition qu'elles soient d'une pureté suffisamment élevée pour ne pas diminuer la précision de la détermination.

4.1 Méthyléthylcétone.

4.2 Méthanol.

4.3 Azote comprimé, sec.

4.4 Disques de bromure de potassium.

5 Echantillonnage

Echantillonner le caoutchouc brut conformément à l'ISO 1795.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

6.1 **Fiole conique**, 50 cm³, avec un bouchon en verre rodé.

6.2 **Agitateur**.

6.3 **Bécher**, 250 cm³.

6.4 **Agitateur magnétique**.

6.5 **Appareil d'extraction Soxhlet**, avec une fiole de 150 cm³.

6.6 **Cartouches pour extraction**, 25 mm × 100 mm.

6.7 **Banc Koffler chauffant**, ou autre dispositif de chauffage, avec un contrôle de la température à ±2 °C.

6.8 **Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)**, avec une résolution de 2 cm⁻¹ ou un spectromètre infrarouge dispersif permettant d'obtenir une résolution spectrale équivalente. L'instrument doit être capable d'une étendue d'échelle le long de l'axe d'absorbance ou de l'axe de transmittance sur la région spéciale de 2 500 cm⁻¹ à 600 cm⁻¹.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des échantillons

7.1.1 Purification par précipitation

7.1.1.1 Transférer 1 g de l'échantillon de caoutchouc HNBR finement divisé dans une fiole conique de 50 cm³. Ajouter 20 cm³ de méthyléthylcétone dans la fiole. Bien boucher la fiole et la placer sur un agitateur et agiter jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dissous.

7.1.1.2 Précipiter le caoutchouc en versant lentement la solution de méthyléthylcétone dans un bécher de 250 cm³ contenant 150 cm³ de méthanol, tout en agitant rapidement le méthanol avec un agitateur magnétique.

7.1.1.3 Décanter le solvant et laver le caoutchouc précipité avec 50 cm³ de méthanol. Décanter le liquide de lavage au méthanol et dissoudre à nouveau le précipité de caoutchouc dans 20 cm³ de méthyléthylcétone.

7.1.2 Purification par extraction

Transférer 1 g de caoutchouc finement divisé dans une cartouche d'extraction et extraire pendant 6 h dans un appareil Soxhlet avec 100 cm³ de méthanol.

Retirer l'échantillon extrait de la cartouche et le dissoudre dans 20 cm³ de méthyléthylcétone.

7.1.3 Préparation du film HNBR coulé

Couler un film lisse avec la solution de méthyléthylcétone (voir [7.1.1.3](#) ou [7.1.2](#)) sur un disque KBr.

Sur un banc Koffler ou dispositif de chauffage similaire, sous une hotte bien ventilée avec courant d'azote, évaporer le solvant méthyléthylcétone du film coulé, en prenant soin de ne pas chauffer le film à plus de 100 °C.

L'épaisseur du film doit être choisie de sorte que l'absorbance A de la bande à 2 236 cm⁻¹ soit <0,8 A . Avec des spectromètres à dispersion et une non saturation de <1 %, les films doivent présenter un A (2 236) entre 0,7 et 0,8.

7.2 Obtention des spectres IR

Pour obtenir le spectre avec un spectromètre IFTR avec une résolution de 2 cm⁻¹, recueillir 50 balayages, ou avec un spectromètre infrarouge dispersif et les paramètres d'acquisition appropriés.

NOTE L'apparition d'une bande à environ 1 730 cm⁻¹ indique du méthyléthylcétone résiduel et une bande à 696 cm⁻¹ indique une purification insuffisante.

8 Calculs

8.1 Dessiner des lignes de base entre approximativement ce qui suit:

- pour AN: 2 280 cm⁻¹ à 2 200 cm⁻¹ pour le pic à 2 236 cm⁻¹;
- pour BD: 1 010 cm⁻¹ à 910 cm⁻¹ pour le pic à 970 cm⁻¹;
- pour HBD: 840 cm⁻¹ à 670 cm⁻¹ pour le pic à 723 cm⁻¹.

8.2 Calculer l'absorbance corrigée $A(i)$ de chaque bande i en soustrayant l'absorbance de la ligne de base au point en dessous du pic du pic d'absorbance.

Certaines qualités de NBR présentent une bande de nitrile supplémentaire à 2 214 cm⁻¹. Si cette bande apparaît, calculer l'absorbance de la bande AN à partir de $A(AN) = A(2\ 236) + A(2\ 214)$ et utiliser cette valeur pour la suite des calculs.

8.3 Si la transmittance est utilisé, calculer $A(i)$ en prenant le \log_{10} du quotient du «pourcentage de transmittance de la ligne de base au point le plus bas du pic divisé par le pourcentage de transmittance du pic».

8.4 Lors du calcul de la reproductibilité et des écarts types, utiliser les «rapports d'absorbance normalisés» suivants:

$$A(970) = \frac{A(970)}{A(2236)} \quad (1)$$

$$A(723) = \frac{A(723)}{A(2236)} \quad (2)$$

8.5 Calculer les concentrations molaires, en utilisant des facteurs d'absorption de la littérature (voir NOTE 1) ainsi que les rapports d'absorbance normalisée calculés [voir les Formules (1) et (2)], comme suit:

$$c(AN) = \frac{1}{\sum A(i)} \quad (3)$$

$$c(BD) = \frac{A(970)}{k(970)} \times \frac{1}{\sum A(i)} \quad (4)$$

$$c(HBD) = \frac{A(723)}{k(723)} \times \frac{1}{\sum A(i)} \quad (5)$$

où

$$\sum A(i) = 1 + \frac{A(970)}{k(970)} + \frac{A(723)}{k(723)} \quad (6)$$

NOTE 1 Les facteurs de l'absorbance peuvent être trouvés dans la Référence [1]. Ces facteurs sont les suivants:

- $k(2236) = 1$;
- $k(970) = 2,3 \pm 0,03$;
- $k(723) = 0,255 \pm 0,002$.

NOTE 2 Cette détermination est valable uniquement lorsque les facteurs d'absorbance des bandes d'absorption à 2236 cm^{-1} et 2214 cm^{-1} sont égaux. Lorsqu'ils ne sont pas égaux, $c(AN)$ calculé uniquement à partir de $A(2236)$ est trop petit, et $c(BD)$, $c(HBD)$ et par conséquent, la non-saturation résiduelle calculée est trop grande.

8.6 Calculer le pourcentage de non saturation, U (le pourcentage de la double liaisons dans le butadiène hydrogéné), comme suit:

$$U = \frac{c(BD)}{c(BD) + c(HBL)} \times 100 \quad (7)$$

8.7 Un exemple d'interprétation et de calcul de spectre infrarouge est donné dans l'[Annexe A](#).

9 Fidélité

Voir l'[Annexe B](#).

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 14558;
- b) tous les détails nécessaires pour l'identification de chaque échantillon;

- c) le nombre de points de données utilisés pour obtenir le résultat;
- d) la non saturation résiduelle de chaque échantillon HNBR, rapportée à 0,1 % près;
- e) toute déviation par rapport à la méthode spécifiée;
- f) la date de l'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c629b005-de81-4a3e-b0ce-28a68d44a9bb/iso-14558-2016>