
**Caoutchouc butadiène-styrène
brut polymérisé en émulsion —
Détermination de la teneur en
styrène lié — Méthode par l'indice de
réfraction**

*Rubber, raw styrene-butadiene, emulsion-polymerized —
Determination of bound styrene content — Refractive index method*

(standards.iteh.ai)

[ISO 2453:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2453:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Préparation des éprouvettes	3
8 Mode opératoire	4
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Données de fidélité	8
Bibliographie	10

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2453:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1bef5/iso-2453-2020>

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2453:1991) qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 2453:1991/Cor.1:2003.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- suppression des trépieds et introduction du mode opératoire d'extraction de l'ISO 7781 dans le mode opératoire de préparation (7.1);
- ajout de la fiole conique à large col (6.1);
- correction du [Tableau 1](#);
- déplacement des données de fidélité en [Annexe A](#) informative, avec l'ajout des données de fidélité évaluées en 2019.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Caoutchouc butadiène-styrène brut polymérisé en émulsion — Détermination de la teneur en styrène lié — Méthode par l'indice de réfraction

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en styrène lié dans les caoutchoucs butadiène-styrène (SBR) polymérisés en émulsion en corrélation avec l'indice de réfraction mesuré d'un échantillon extrait selon un tableau des indices de réfraction en fonction des pourcentages de fraction de masse de styrène.

La méthode s'applique également au SBR polymérisé en émulsion étendu à l'huile, extrait, pourvu qu'il produise un film convenable pour pouvoir procéder à la mesure de l'indice de réfraction. Il n'est pas applicable au SBR polymérisé en solution.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO 2453:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1be15/iso-2453-2020>

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Le dosage du styrène lié est une mesure de la composition monomère liée du caoutchouc. Elle est utilisée pour vérifier la précision de la charge monomère, et sert également de guide pour l'uniformité du produit, étant donné que la teneur en styrène lié affecte les propriétés physiques.

Les méthodes consistent en l'extraction d'une éprouvette par un azéotrope éthanol-toluène (ETA), suivie d'un séchage avec compression entre des feuilles d'aluminium pour obtenir des feuilles de caoutchouc d'une épaisseur maximale de 0,50 mm.

La teneur en styrène lié est calculée à partir de l'indice de réfraction obtenu à 25 °C sur cette mince feuille de caoutchouc.

5 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Éthanol-toluène azéotrope (ETA), en mélangeant 7 volumes d'éthanol absolu à 3 volumes de toluène.

Sinon, mélanger 7 volumes d'éthanol de qualité commerciale à 3 volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition en présence d'oxyde de calcium anhydre (chaux vive) sous reflux pendant 4 h.

Distiller ensuite l'azéotrope et recueillir la fraction correspondant à une série de points d'ébullition ne variant pas de plus de 1 °C, en vue de l'utiliser pour l'essai.

5.2 ETA acidifié, par ajout de 10 cm³ d'acide chlorhydrique concentré (approximativement 35 % de fraction de masse) à une portion de l'ETA (5.1) compléter le volume de la solution à 1 000 cm³ avec de l'ETA.

NOTE L'ETA acidifié est utilisé pour les polymères coagulés à l'alun.

5.3 α-Bromonaphtalène.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et les éléments suivants.

6.1 Fiole conique à col large, de capacité de 400 cm³ à 500 cm³.

6.2 Réfrigérant à reflux, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2b73b741-d3ab-428e-9a6f-749157e1be5/iso-2453-2020>

NOTE En option, un extracteur de Soxhlet peut être utilisé à la place du réfrigérant à reflux et de la fiole conique.

6.3 Réfractomètre du type Abbe, précis à la quatrième décimale, et dont le prisme réfractant peut être placé dans une position presque horizontale pour le mesurage de l'indice de réfraction des solides. Un prisme compensateur du type Amici pour l'achromatisation est nécessaire, à moins qu'une lampe au sodium ne soit utilisée comme source de lumière.

Le réfractomètre doit être maintenu à une température de 25 °C ± 0,1 °C, obtenue à l'aide d'une enceinte maintenue à température constante, ou en faisant circuler de l'eau à température constante dans tout l'instrument.

6.4 Étuve sous vide, susceptible d'être maintenue sous une pression de 1 300 Pa¹⁾ et à une température de 100 °C ± 5 °C.

6.5 Feuilles d'aluminium, d'épaisseur comprise entre 0,025 mm et 0,08 mm, et présentant une bonne résistance au déchirement.

6.6 Verre de référence, pour vérifier le réglage du réfractomètre. Le verre doit être étalonné pour utilisation à 25 °C.

6.7 Presse hydraulique, susceptible d'être maintenue à une température de 100 °C et pouvant exercer une force totale maximale de 100 kN sur les plateaux.

1) 1 Pa = 1 N/m².

6.8 Plateaux de pression (facultatifs), de 210 mm × 210 mm × 3 mm, avec des poignées en bois. L'un des plateaux doit présenter, en son centre, une cavité de forme carrée de 150 mm de côté et dont la profondeur ne dépasse pas 0,65 mm.

6.9 Ciseaux, petits et bien aiguisés.

6.10 Source de lumière, qui doit être orientée de manière que le faisceau lumineux effleure le prisme.

Si une source de lumière à incandescence est utilisée, elle doit être de faible intensité, comme par exemple une petite ampoule. Une lampe au sodium peut être également utilisée.

La source de lumière est telle qu'une ligne nette présentant un bon contraste puisse être observée dans l'oculaire du réfractomètre. Une atténuation ou une diffusion de la lumière, en vue de faciliter une observation, peut être obtenue par l'interposition d'un papier de soie froissé sur le trajet du faisceau lumineux.

7 Préparation des éprouvettes

7.1 Tirer en feuille 2 g à 6 g de caoutchouc, choisi et préparé conformément à l'ISO 1795. Découper en morceaux ne dépassant pas 2 mm × 2 mm ou en bandes ne dépassant pas 10 mm de longueur et pas plus large que 5 mm. Peser une prise d'essai d'environ 2 g à 0,001 g près.

Placer un papier filtre circulaire dans le fond de la fiole conique à col large (6.1), et ajouter 100 cm³ du solvant d'extraction ETA (5.1) pour tous les caoutchoucs à l'exception des caoutchoucs coagulés à l'alun. Pour les caoutchoucs coagulés à l'alun, utiliser de l'ETA acidifié (5.2).

Introduire les éprouvettes caoutchouc séparément dans la fiole, en agitant après chaque ajout, de façon que les éprouvettes caoutchouc soient bien mouillées avec le solvant et que le collage soit réduit au minimum.

Adapter le réfrigérant à reflux (6.2) à la fiole et faire bouillir le solvant très doucement sous reflux pendant 1 h. Remplacer la solution par une autre fraction de 100 cm³ d'ETA ou d'ETA acidifié et procéder à l'extraction pendant une heure supplémentaire. Rincer les éprouvettes avec trois portions successives de 10 cm³ de solvant d'extraction.

NOTE En option, les morceaux de caoutchoucs pesés peuvent être enveloppés dans du papier filtre et placés dans un Soxhlet et extrait avec de l'ETA ou de l'ETA acidifié sous reflux pendant au moins 4 h.

Retirer les morceaux de caoutchouc de la fiole et les sécher jusqu'à masse constante dans l'étuve sous vide (6.4), maintenue sous une pression d'environ 1 300 Pa¹) et à une température de 100 °C ± 5 °C.

Il est important que les éprouvettes soient bien extraites par le solvant et parfaitement séchées, étant donné que du solvant résiduel ou que des matières extraites de manière incomplète entraîneraient des lectures erronées de l'indice de réfraction.

Éviter une plastification de l'échantillon due à un échauffement excessif.

7.2 Après le séchage complet des éprouvettes, plusieurs techniques sont possibles pour comprimer l'éprouvette. La méthode de compression peut être modifiée selon le type de caoutchouc et le type d'équipement disponible. La pression et le temps de compression à 100 °C peuvent être modifiés. L'éprouvette peut être refroidie à température ambiante sous pression, ou retirée de la presse lorsqu'elle est chaude. Le temps de compression à chaud ne doit jamais dépasser 10 min, et il convient qu'il soit égal, de préférence, à 5 min.

Les conditions doivent être choisies de façon que l'éprouvette comprimée soit homogène et qu'une ligne distincte séparant les régions claire et foncée du champ de l'oculaire puisse être observée lors de la détermination de l'indice de réfraction.

Les deux techniques suivantes de compression sont données.

- a) Si les plateaux de pression (6.8) sont utilisés, procéder comme suit.

Placer environ 0,3 g de polymère extrait et séché entre deux feuilles d'aluminium carrées d'environ 50 mm de côté et replier les quatre coins les uns sur les autres. Placer cette éprouvette entre les plateaux de pression et placer les plateaux dans la presse maintenue à 100 °C. Fermer les plateaux sans appliquer de pression et les préchauffer pendant 1 min. Fermer les plateaux sans appliquer de pression et les préchauffer. Appliquer une force d'environ 100 kN pendant 3 min. Relâcher la pression, retirer les éprouvettes de la presse et les laisser refroidir.

- b) Si la compression doit s'effectuer entre des plateaux plans sans cavité, procéder comme suit, en modifiant le mode opératoire pour l'adapter à l'échantillon.

Préparer une feuille d'aluminium d'environ 25 mm de large et de 50 mm de long. Placer environ 0,2 g de polymère extrait sec sur la feuille, puis plier la feuille d'aluminium le long de la ligne médiane. Comprimer l'éprouvette entre les carrés de feuille d'aluminium en appliquant une force comprise entre 2,2 kN et 6,6 kN à 100 °C pendant 3 min à 10 min (de préférence 3 min à 5 min). Si plusieurs éprouvettes sont comprimées simultanément, augmenter proportionnellement la force appliquée de manière que la pression exercée sur chaque éprouvette soit comprise entre environ 3,45 MPa¹⁾ et 10,35 MPa¹⁾. Des forces inférieures aux limites normales peuvent s'avérer nécessaires pour certains polymères. Il peut également être nécessaire, pour certains polymères, de laisser refroidir les éprouvettes comprimées sous pression alors que les plateaux de pression sont refroidis à l'eau froide.

7.3 L'épaisseur de l'éprouvette finale à mesurer ne doit pas dépasser 0,5 mm et peut être plus mince. La capacité à manipuler l'éprouvette pressée et la capacité d'obtenir une bonne lecture de l'indice de réfraction sont les seules exigences en ce qui concerne l'épaisseur de l'éprouvette.

7.4 A l'aide des ciseaux (6.9) couper en deux l'éprouvette ainsi préparée et détacher l'une des feuilles d'aluminium. Découper une bande d'environ 6 mm de largeur par 12 mm de long avec les ciseaux, de manière que l'une des extrémités les plus étroites présente une coupure fraîche. Il est possible d'enlever la seconde feuille d'aluminium mais il est souvent plus facile de manipuler l'éprouvette si l'une des feuilles d'aluminium adhère au caoutchouc.

8 Mode opératoire

8.1 Vérifier que la température du réfractomètre est stabilisée à 25 °C.

8.2 Vérifier le réglage du réfractomètre à l'aide du verre de référence (6.6) appuyé fermement contre le prisme, une goutte de α -bromonaphtalène (5.3) servant de liquide de contact. La petite source lumineuse (6.10) doit être collimatée et les meilleures lectures sont obtenues avec le verre de référence si la lumière est diffusée à travers du papier de soie froissé.

Agir sur l'organe de commande manuelle jusqu'à ce que la ligne de séparation coïncide avec le réticule (le déplacement doit toujours se faire de la zone claire vers la zone sombre).

Effectuer au moins trois lectures. Régler l'instrument pour obtenir une lecture correspondant au verre de référence.

Après ce réglage, nettoyer soigneusement le prisme avec de l'éthanol et du papier de nettoyage pour lentilles.

8.3 Placer l'éprouvette sur le prisme, le bord coupé étant tourné vers la source lumineuse et placé approximativement où le verre de référence est positionné. Enlever le papier de soie de la source lumineuse. Presser fermement l'éprouvette contre le prisme à l'aide d'un doigt et attendre 1 min pour l'équilibre de température. Il est également possible de rabattre légèrement le prisme supérieur sur l'éprouvette à condition de concentrer le faisceau lumineux de manière appropriée sur l'extrémité de

l'éprouvette. Mais, à moins que l'éprouvette ne soit très mince, cette opération risque d'endommager le prisme ou sa monture.

Ajuster le prisme compensateur jusqu'à l'obtention d'une ligne de séparation nette entre les régions claire et sombre, la coloration étant minimale. Vérifier le contact entre le caoutchouc et le prisme en pressant à nouveau l'éprouvette contre le prisme. Il ne doit se produire aucune modification de la position de la ligne de séparation pendant cette vérification.

8.4 Effectuer au moins trois lectures. Si les lectures diffèrent entre elles de plus de 0,000 1, des lectures supplémentaires sont nécessaires.

8.5 Répéter les opérations d'obtention de lectures sur une autre portion de l'éprouvette présentant un bord fraîchement coupé. Calculer la moyenne des valeurs moyennes des deux séries de lectures ainsi obtenues.

Si les deux valeurs moyennes ne diffèrent pas entre elles de plus de 0,000 2, utiliser cette moyenne pour le calcul conformément à l'Article 7.

Si la différence est supérieure à 0,000 2, le mode opératoire doit être répéter.

Si nécessaire, corriger la mesure de l'indice de réfraction à 25 °C à l'aide de la Formule (1):

$$n_{25} = n_{\theta} + 0,000\ 37 (\theta - 25) \quad (1)$$

où

iTeh STANDARD PREVIEW

n_{25} est l'indice de réfraction à 25 °C,

n_{θ} est l'indice de réfraction à la température de mesure θ ;

θ est la température de mesure, en °C.

9 Expression des résultats

La teneur en styrène lié, w_s , du caoutchouc butadiène-styrène, exprimée en pourcentage en masse, est déterminée à partir de l'indice de réfraction, corrigé à 25 °C, à l'aide du Tableau 1 ou de la Formule (2):

$$w_s = 23,50 + 1\ 164 (n_{25} - 1,534\ 56) - 3\ 497 (n_{25} - 1,534\ 56)^2 \quad (2)$$

Tableau 1 — Valeurs de l'indice de réfraction à 25 °C et pourcentage en fraction de masse du styrène lié

Indice de réfraction n_{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,515						0,04	0,17	0,30	0,43	0,56
1,516	0,69	0,82	0,95	1,08	1,21	1,34	1,47	1,60	1,72	1,85
1,517	1,98	2,11	2,24	2,37	2,50	2,62	2,75	2,88	3,01	3,14
1,518	3,27	3,39	3,52	3,65	3,78	3,90	4,03	4,16	4,29	4,41
1,519	4,54	4,67	4,80	4,92	5,05	5,18	5,30	5,43	5,56	5,68
1,520	5,81	5,94	6,06	6,19	6,32	6,44	6,57	6,70	6,82	6,95
1,521	7,07	7,20	7,32	7,45	7,58	7,70	7,83	7,95	8,08	8,20
1,522	8,33	8,45	8,58	8,70	8,83	8,95	9,08	9,20	9,33	9,45