

NORME INTERNATIONALE **ISO** 2453



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Voir ISO 3136-1983 (F)

Détermination de la teneur en

Caoutchouc styrène-

Copolymères butadiène-styrène – **Dosage du styrène lié**

– Méthode par l'indice de réfraction

styrene-butadiene copolymer – Determination of bound styrene content – Refractive index method

Rubber, raw

Première édition – 1975-02-01

CDU 678.746.22

Réf. N° : ISO 2453-1975 (F)

Descripteurs : caoutchouc butadiène styrène, copolymère, analyse chimique, dosage, styrène, méthode par réfractométrie.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2453 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et soumise aux Comités Membres en avril 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Sri Lanka
Allemagne	Italie	Suède
Canada	Nouvelle-Zélande	Suisse
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	U.S.A.
France	Roumanie	Yougoslavie
Hongrie	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Copolymères butadiène-styrène – Dosage du styrène lié

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de dosage du styrène lié contenu dans un copolymère (SBR) par calcul à partir de l'indice de réfraction mesuré sur une éprouvette extraite au moyen d'un solvant.

La méthode est applicable au SBR (0 à 55 % de styrène lié) polymérisé en émulsion à chaud (50 °C environ) et la même formule peut être utilisée pour le SBR (18 à 40 % de styrène lié) polymérisé en émulsion à froid (5 °C environ). Elle n'est applicable ni au SBR polymérisé en solution, ni au SBR dans lequel les proportions des configurations moléculaires (c'est-à-dire *cis*, *trans* ou vinyl) sont différentes de celles du SBR de fabrication courante.

2 SIGNIFICATION DE L'ESSAI

Le dosage du styrène lié est une mesure de la composition monomère liée du polymère. Elle est utilisée pour vérifier la précision de la charge monomère, mais également comme un moyen pour déterminer l'uniformité du produit, étant donné que la teneur en styrène lié affecte les propriétés physiques.

3 PRINCIPE

Extraction d'une éprouvette par un azéotrope éthanol-toluène (ETA), suivie d'un séchage avec compression entre des feuilles en aluminium pour obtenir des feuilles en élastomère dont l'épaisseur est égale ou inférieure à 0,50 mm. Calcul de la teneur en styrène lié à partir de l'indice de réfraction obtenu à 25 °C sur cette mince feuille en élastomère.

4 RÉACTIFS

4.1 Azéotrope éthanol-toluène (ETA)

Mélanger 7 volumes d'éthanol absolu à 3 volumes de toluène (il est également possible de mélanger 7 volumes d'éthanol d'une qualité commerciale à 3 volumes de toluène), et porter le mélange à ébullition en présence d'oxyde de calcium anhydre (chaux vive) sous reflux durant

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.

4.2 ETA acidifié

Ajouter 10 cm³* d'acide chlorhydrique concentré (35 % (m/m) environ) à une portion de l'ETA (4.1), puis compléter le volume de la solution à 1 000 cm³ avec de l'ETA.

NOTE – Pour les polymères coagulés à l'alun, utiliser de l'ETA acidifié.

4.3 α -bromonaphtalène.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Trépieds, formés d'une feuille carrée en aluminium ou en acier inoxydable de côté 13 mm et comportant quatre pieds en fil de nickel-chrome. Si le solvant d'extraction est de l'ETA acidifié à l'acide chlorhydrique, le trépied et ses pieds doivent être en tantale.

5.2 Réfrigérant à reflux.

5.3 Réfractomètre du type Abbe, permettant l'obtention d'une mesure précise 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.

5.4 Étuve sous vide, susceptible d'être maintenue sous une pression de 1 300 N/m² (10 mm Hg) et à une température de 100 ± 5 °C.

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

5.6 Verre étalon, pour vérifier le réglage du réfractomètre.

* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm³), conformément à la décision de la Douzième Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est généralement admis pour désigner les capacités de la verrerie volumétrique et les volumes de liquide dans les Normes Internationales.

5.7 Presse hydraulique, susceptible d'être maintenue à une température de 100 °C et d'exercer une pression de 100 kN (22 000 lbf) sur les plateaux.

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

5.9 Ciseaux, petits et bien aiguisés.

5.10 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 doit être 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.

6 PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES

6.1 Découper une feuille en polymère de telle manière que son épaisseur soit de 0,5 mm. Découper cette feuille en polymère en bandes d'environ 25 mm de long et 13 mm de large. Attacher chacune de ces bandes à chacun des pieds du trépied (5.1), de manière que chaque portion de l'élastomère soit en contact sur toutes ses faces avec le solvant. Placer le trépied, auquel sont attachées les bandes, dans un flacon de 400 cm³ dans lequel on a introduit 60 cm³ d'ETA (pour les polymères coagulés à l'alun, utiliser de l'ETA acidifié et des trépieds en tantale). Adapter le réfrigérant à reflux (5.2) à ce flacon.

Procéder à l'extraction durant 1 h à une température assurant une douce ébullition du solvant. Remplacer la solution par une autre fraction de 60 cm³ d'ETA ou d'ETA acidifié et procéder à l'extraction durant une autre heure, sortir le trépied du flacon et sécher l'élastomère jusqu'à masse constante dans l'étuve sous vide (5.4) maintenue sous une pression de 1 300 N/m² (10 mmHg) environ et à une température de 100 ± 5 °C.

NOTES

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

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

6.2 Une fois les éprouvettes bien séchées, les enlever du trépied. À partir de là, il est possible d'utiliser plusieurs techniques de compression de l'éprouvette. Le mode de compression peut être modifié selon le type de polymère et le type de l'équipement disponible. La pression ainsi que le temps de compression à 100 °C peuvent être modifiés. L'éprouvette peut être refroidie sous pression jusqu'à la température ambiante ou retirée de la presse alors qu'elle

est encore chaude. Le temps de compression à chaud ne doit jamais dépasser 10 min et doit, de préférence, être de 5 min.

Les conditions doivent être telles que les éprouvettes comprimées soient homogènes 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. Deux techniques générales de compression sont spécifiées ci-après.

6.2.1 Si les deux plateaux de pression (5.8) sont utilisés, procéder de la manière suivante : Placer environ 0,3 g de polymère extrait et séché entre deux feuilles en aluminium carrées de côté 50 mm environ chacune et replier les quatre coins les uns sur les autres. Poser cette éprouvette entre les plateaux de pression et placer ceux-ci dans la presse maintenue à une température de 100 °C. Fermer les plateaux sans leur appliquer de pression et les préchauffer durant 1 min. Plusieurs éprouvettes peuvent être comprimées simultanément. Appliquer une force d'environ 100 kN (22 000 lbf) durant 3 min. Relâcher la pression, retirer les éprouvettes de la presse et les laisser refroidir.

6.2.2 Si la compression doit s'effectuer entre des plateaux plans ne présentant aucune cavité, procéder de la manière suivante, tout en modifiant le mode opératoire de manière à l'adapter à l'éprouvette : Préparer des carrés de feuille en aluminium propre de côté 25 mm environ. Placer une portion de l'une des bandes séchées entre deux morceaux de feuille en aluminium. Comprimer l'éprouvette entre les carrés de feuille en aluminium en appliquant une force comprise entre 2,2 et 6,6 kN (500 et 1 500 lbf) à une température de 100 °C et durant 3 à 10 min (de préférence 3 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 3,45 et 10,35 MN/m² environ (500 et 1 500 lbf/in²). Des pressions inférieures aux limites normales peuvent s'avérer nécessaires pour certains types de polymère. Aussi peut-il être nécessaire pour certains types de polymère de laisser refroidir les éprouvettes comprimées sous pression alors que les plateaux de pression sont refroidis à l'eau froide.

6.3 L'épaisseur de l'éprouvette finale à mesurer ne doit pas dépasser 0,5 mm et peut être beaucoup plus mince. L'épaisseur nécessaire est déterminée uniquement par les possibilités de manipuler l'éprouvette et par l'obtention d'une bonne lecture de l'indice de réfraction.

6.4 À l'aide des ciseaux (5.9), couper en deux l'éprouvette ainsi préparée et détacher l'une des feuilles en aluminium. À l'aide des ciseaux, couper une bande de 12 mm de long et de 6 mm de large de manière que l'une des extrémités les plus étroites présente une coupure fraîche. Il est possible d'enlever la seconde feuille en aluminium mais il est souvent plus facile de manipuler l'éprouvette si l'une des feuilles en aluminium adhère à l'élastomère.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Vérifier le réglage du réfractomètre à l'aide du verre étalon (5.6) appuyé fermement contre le prisme, 1 goutte d' α -bromophtalène (4.3) servant de liquide de contact. Orienter correctement la petite source de lumière, les meilleures lectures étant obtenues avec le verre étalon si la lumière est admise à diffuser à travers un 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. Ajuster l'instrument de façon à obtenir une lecture correspondant à l'indice de réfraction du verre étalon.

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

7.2 Placer l'éprouvette sur le prisme, le bord coupé étant tourné vers la lumière, ce bord devant être placé approximativement à l'endroit où se trouvait le bord du verre étalon. Enlever le papier de soie de la source de lumière. Presser fermement l'éprouvette contre le prisme à l'aide du doigt et attendre 1 min jusqu'à ce que l'équilibre de température soit atteint. Il est également possible de rabattre légèrement le prisme supérieur sur l'éprouvette à condition qu'il soit encore possible 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 l'élastomère 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.

7.3 Effectuer au moins trois lectures. Si les lectures diffèrent entre elles de plus de 0,000 1, il est nécessaire de procéder à une lecture supplémentaire.

7.4 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 par entre elles de plus de 0,000 2, retenir la moyenne de ces résultats pour le calcul devant être effectué conformément au chapitre 8. Si les valeurs moyennes diffèrent de plus de 0,000 2 le mode opératoire doit être répété en entier. Si nécessaire, corriger la

mesure de l'indice de réfraction, pour en obtenir la valeur correspondante à la température de 25 °C, à l'aide de l'équation suivante :

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

où

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

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

θ est la température de mesurage, en degrés Celsius.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en styrène lié, S , du copolymère butadiène-styrène, exprimée en pourcentage en masse, est déterminée à partir de l'indice de réfraction corrigé à 25 °C, à l'aide de l'équation suivante ou du tableau, page 4.

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

NOTES

1 REPRODUCTIBILITÉ

Lorsque la teneur en styrène lié est comprise entre 20 et 30 %, 95 % des résultats ne doivent pas différer de la moyenne de plus de 0,5 %.

2 PRÉCISION

Pour le SBR polymérisé à 50 °C, la précision est du même ordre de grandeur que la reproductibilité. La précision pour le SBR polymérisé à 5 °C n'est pas connue avec exactitude, mais il est admis qu'elle se trouve à l'intérieur des limites de précision ci-dessus lorsque la teneur en styrène lié des polymères soumis à l'essai est comprise entre 20 et 30 %.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

TABLEAU – Valeurs de l'indice de réfraction et pourcentage de styrène lié

Indice de réfraction, n_{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,515						0,05	0,18	0,31	0,44	0,57
1,516	0,70	0,83	0,96	1,09	1,22	1,34	1,47	1,60	1,73	1,86
1,517	1,99	2,12	2,25	2,37	2,50	2,63	2,76	2,89	3,02	1,14
1,518	3,27	3,40	3,53	3,66	3,78	3,91	4,04	4,17	4,29	4,42
1,519	4,55	4,67	4,80	4,93	5,06	5,18	5,31	5,44	5,56	5,69
1,520	5,82	5,94	6,07	6,20	6,32	6,45	6,57	6,70	6,83	6,95
1,521	7,08	7,20	7,33	7,46	7,58	7,71	7,83	7,96	8,08	8,21
1,522	8,33	8,46	8,58	8,71	8,83	8,96	9,08	9,21	9,33	9,46
1,523	9,58	9,71	9,83	9,95	10,08	10,20	10,33	10,45	10,57	10,70
1,524	10,82	10,95	11,07	11,19	11,32	11,44	11,56	11,69	11,81	11,93
1,525	12,06	12,18	12,30	12,43	12,55	12,67	12,79	12,92	13,04	13,16
1,526	13,28	13,41	13,53	13,65	13,77	13,89	14,02	14,14	14,26	14,38
1,527	14,50	14,62	14,75	14,87	14,99	15,11	15,23	15,35	15,47	15,60
1,528	15,72	15,84	15,96	16,08	16,20	16,32	16,44	16,56	16,68	16,80
1,529	16,92	17,04	17,16	17,28	17,40	17,52	17,64	17,76	17,88	18,00
1,530	18,12	18,24	18,36	18,48	18,60	18,72	18,84	18,96	19,08	19,19
1,531	19,31	19,43	19,55	19,67	19,79	19,91	20,03	20,14	20,26	20,38
1,532	20,50	20,62	20,73	20,85	20,97	21,09	21,21	21,32	21,44	21,56
1,533	21,68	21,79	21,91	22,03	22,15	22,26	22,38	22,50	22,61	22,73
1,534	22,85	22,96	23,08	23,20	23,31	23,43	23,55	23,66	23,78	23,90
1,535	24,01	24,13	24,24	24,36	24,47	24,59	24,71	24,82	24,94	25,05
1,536	25,17	25,28	25,40	25,51	25,63	25,74	25,86	25,97	26,09	26,20
1,537	26,32	26,43	26,55	26,66	26,78	26,89	27,00	27,12	27,23	27,35
1,538	27,46	27,58	27,69	27,80	27,92	28,03	28,14	28,26	28,37	28,48
1,539	28,60	28,71	28,82	28,94	29,05	29,16	29,28	29,39	29,50	29,61
1,540	29,73	29,84	29,95	30,06	30,18	30,29	30,40	30,51	30,62	30,74
1,541	30,85	30,96	31,07	31,18	31,30	31,41	31,52	31,63	31,74	31,85
1,542	31,96	32,07	32,19	32,30	32,41	32,52	32,63	32,74	32,85	32,96
1,543	33,07	33,18	33,29	33,40	33,51	33,62	33,73	33,84	33,95	34,06
1,544	34,17	34,28	34,39	34,50	34,61	34,72	34,83	34,94	35,05	35,16
1,545	35,27	35,38	35,48	35,59	35,70	35,81	35,92	36,03	36,14	36,25
1,546	36,35	36,46	36,57	36,68	36,79	36,89	37,00	37,11	37,22	37,33
1,547	37,43	37,54	37,65	37,76	37,86	37,97	38,08	38,19	38,29	38,40
1,548	38,51	38,61	38,72	38,83	38,93	39,04	39,15	39,25	39,36	39,47
1,549	39,57	39,68	39,79	39,89	40,00	40,10	40,21	40,32	40,42	40,53
1,550	40,63	40,74	40,84	40,95	41,05	41,16	41,26	41,37	41,47	41,58
1,551	41,68	41,79	41,89	42,00	42,10	42,21	42,31	42,42	42,52	42,63
1,552	42,73	42,83	42,94	43,04	43,15	43,25	43,35	43,46	43,56	43,66
1,553	43,77	43,87	43,97	44,08	44,18	44,28	44,39	44,49	44,59	44,70
1,554	44,80	44,90	45,00	45,11	45,21	45,31	45,41	45,52	45,62	45,72
1,555	45,82	45,92	46,03	46,13	46,23	46,33	46,43	46,54	46,64	46,74
1,556	46,84	46,94	47,04	47,14	47,25	47,35	47,45	47,55	47,65	47,75
1,557	47,85	47,95	48,05	48,15	48,25	48,35	48,45	48,55	48,65	48,75
1,558	48,85	48,95	49,05	49,15	49,25	49,35	49,45	49,55	49,65	49,75
1,559	49,85	49,95	50,05	50,15	50,25	50,35	50,44	50,54	50,64	50,74
1,560	50,84	50,94	51,04	51,13	51,23	51,33	51,43	51,53	51,63	51,72
1,561	51,82	51,92	52,02	52,11	52,21	52,31	52,41	52,50	52,60	52,70
1,562	52,80	52,89	52,99	53,09	53,18	53,28	53,38	53,47	53,57	53,67
1,563	53,76	53,86	53,96	54,05	54,15	54,25	54,34	54,44	54,53	54,63
1,564	54,73	54,82	54,92	55,01	55,11	55,20	55,30	55,39	55,49	55,58

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2453:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fad2bf80-928c-4759-a04a-f730257a28fe/iso-2453-1975>