

NORME INTERNATIONALE

ISO
2453

Deuxième édition
1991-07-01

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

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/538ba7d1-6573-4546-a465-84d2eb1c9e1f/iso-2453-1991>)
*Rubber, raw styrene-butadiene, emulsion-polymerized — Determination
of bound styrene content — Refractive index method*

Document Preview

ISO 2453:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/538ba7d1-6573-4546-a465-84d2eb1c9e1f/iso-2453-1991>



Numéro de référence
ISO 2453:1991(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 2453 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2453:1975), dont les articles 1 et 7 et le paragraphe 5.3 ont fait l'objet d'une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en styrène lié dans le caoutchouc butadiène-styrène (SBR) brut polymérisé en émulsion, en corrélation avec l'indice de réfraction mesuré d'un échantillon extrait, selon un tableau donnant les indices de réfraction en fonction des pourcentages en masse de styrène.

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

2 Signification de l'essai

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, 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 d'aluminium pour obtenir des feuilles de caoutchouc 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 de caoutchouc.

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 [à environ 35 % (m/m)] à une portion de l'ETA (4.1), puis compléter le volume de la solution à 1 000 cm³ avec de l'ETA.

NOTE 1 Pour les caoutchoucs coagulés à l'alun, il convient d'utiliser de l'ETA acidifié.

4.3 α -Bromonaphtalène.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Trépieds, formés d'une feuille carrée d'aluminium ou d'acier inoxydable de 13 mm de côté et comportant quatre pieds en fils 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.

Le réfractomètre doit être maintenu à une température de $25\text{ °C} \pm 0,1\text{ °C}$, soit à l'aide d'une enceinte maintenue à température constante, soit en faisant circuler de l'eau à température constante dans tout l'instrument.

5.4 Étuve sous vide, susceptible d'être maintenue sous une pression de 1300 Pa^1 et à une température de $100\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

5.5 Feuilles d'aluminium, d'une épaisseur comprise entre $0,025\text{ mm}$ et $0,08\text{ mm}$, et présentant une bonne résistance au déchirement.

5.6 Verre de référence, pour vérifier le réglage du réfractomètre. Le verre doit être calibré en vue de son utilisation à 25 °C .

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

5.8 Plateaux de pression (facultatifs), de $210\text{ mm} \times 210\text{ mm} \times 3\text{ mm}$, munis de 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 $0,65\text{ mm}$.

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 Tirer le caoutchouc en feuille d'une épaisseur ne dépassant pas $0,5\text{ mm}$. Découper cette feuille de caoutchouc en bandes d'environ 25 mm de longueur et 13 mm de largeur. Attacher chacune de ces bandes à chacun des pieds du trépied (5.1), de manière que chaque portion de caoutchouc soit en contact sur toutes ses faces avec le solvant. Placer le trépied, auquel sont attachées les bandes, dans un flacon de 400 cm^3 dans lequel on a introduit 60 cm^3 d'ETA (pour les caoutchoucs 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 cm^3 d'ETA ou d'ETA acidifié et procéder à l'extraction durant encore 1 h . Sortir le trépied du flacon et sécher le caoutchouc jusqu'à masse constante dans l'étuve sous vide (5.4) maintenue sous une pression d'environ 1300 Pa et à une température de $100\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. 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.

NOTE 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 caoutchouc 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 prescrites en 6.2.1 et 6.2.2.

6.2.1 Si les deux plateaux de pression (5.8) sont utilisés, procéder de la manière suivante.

Placer environ $0,3\text{ g}$ de caoutchouc extrait et séché entre deux feuilles d'aluminium carrées d'environ 50 mm de côté et replier les quatre coins les uns sur

1) $10^3\text{ Pa} = 10^3\text{ N/m}^2 = 7,5\text{ mmHg}$

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 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 d'aluminium propre d'environ 25 mm de côté. Placer une portion de l'une des bandes séchées entre deux morceaux de feuille d'aluminium. Comprimer l'éprouvette entre les carrés de feuille d'aluminium en appliquant une force comprise entre 2,2 kN et 6,6 kN à une température de 100 °C et durant 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 3,45 MPa et 10,35 MPa. Des pressions inférieures aux limites normales peuvent s'avérer nécessaires pour certains types de caoutchoucs. Aussi peut-il être nécessaire pour certains types de caoutchoucs 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 d'aluminium. À l'aide des ciseaux, couper une bande de 12 mm de longueur et 6 mm de largeur 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.

7 Mode opératoire

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

7.2 Vérifier le réglage du réfractomètre à l'aide du verre de référence (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 de référence 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 de référence.

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

7.3 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 de référence. Enlever le papier de soie de la source de lumière. Presser fermement l'éprouvette contre le prisme à l'aide d'un 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 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.

7.4 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.

7.5 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, retenir la moyenne de ces résultats pour le calcul devant être effectué conformément à l'article 8. Si les valeurs moyennes diffèrent de plus de 0,000 2, répéter le mode opératoire 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:

$$n_{25} = n_{\theta} + 0,00037(\theta - 25)$$

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

8.1 Mode de calcul

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 l'équation suivante:

$$w_s = 23,50 + 1164(n_{25} - 1,53456) - 3497(n_{25} - 1,53456)^2$$

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité

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

8.2.2 Reproductibilité

La reproductibilité est du même ordre de grandeur que la répétabilité pour le SBR polymérisé à 50 °C. La reproductibilité pour le SBR polymérisé à 5 °C n'est pas connue avec exactitude, mais on pense qu'elle se trouve en deçà de la limite de répétabilité indiquée en 8.2.1 lorsqu'on soumet à l'essai des caoutchoucs dont la teneur en styrène lié est comprise entre 20 % (m/m) et 30 % (m/m).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- identification du type de réfractomètre utilisé;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

ISO 2453:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/538ba7d1-6573-4546-a465-84d2eb1c9e1f/iso-2453-1991>