
**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 17257:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17257:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>



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	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Liste des caoutchoucs	1
4.1 Groupe M.....	2
4.1.1 Polyéthylène chloré (CM).....	2
4.1.2 Polyéthylène chlorosulfoné (CSM).....	2
4.1.3 Copolymère d'éthylène et de propylène (EPM) et terpolymère d'éthylène, de propylène et d'un diène (EPDM).....	2
4.1.4 Caoutchoucs perfluorés sur la chaîne polymérique, perfluoroalkylés ou perfluoroalkoxylés (FKM).....	2
4.2 Groupe O.....	2
4.2.1 Homopolymère d'épichlorhydrine (CO), copolymère d'oxyde d'éthylène d'épichlorhydrine (ECO) et terpolymère d'épichlorhydrine, d'oxyde d'éthylène d'éther allylique glycidique (GECO).....	2
4.3 Groupe Q.....	2
4.3.1 Polysiloxanes (MQ, VMQ, PVMQ).....	2
4.4 Groupe R.....	2
4.4.1 Caoutchouc butadiène (BR).....	2
4.4.2 Caoutchouc chloroprène (CR).....	2
4.4.3 Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR), IIR chloré (CIIR) et IIR bromé (BIIR).....	2
4.4.4 Caoutchouc naturel (NR) et caoutchouc isoprène synthétique (IR).....	2
4.4.5 Caoutchouc butadiène-nitrile acrylique (NBR), hydrogéné (HNBR) et carboxylé (XNBR).....	2
4.4.6 Caoutchouc butadiène-styrène (SBR).....	2
4.5 Associations de caoutchoucs.....	3
5 Principe	3
6 Réactifs	3
7 Appareillage	3
8 Conditions opératoires	4
8.1 Généralités.....	4
8.2 Réglage du chromatographe.....	4
8.3 Extraction.....	4
8.4 Prise d'essai.....	4
8.5 Pyrolyse.....	4
9 Interprétation des résultats	5
9.1 Généralités.....	5
9.2 Groupe M.....	5
9.2.1 Polyéthylène chloré (CM) et polyéthylène chlorosulfoné (CSM).....	5
9.2.2 Copolymères éthylène-propylène (EPM) et terpolymères éthylène-propylène-diène (EPDM).....	5
9.2.3 Caoutchoucs fluorés substitués sur la chaîne polymérique par des groupes fluorés, perfluoroalkylés ou perfluoroalkoxylés (FKM).....	5
9.3 Groupe O.....	5
9.3.1 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).....	5
9.4 Groupe Q.....	5
9.4.1 Polysiloxanes (VMQ, PVMQ).....	5
9.5 Groupe R.....	6

9.5.1	Caoutchouc butadiène (BR)	6
9.5.2	Caoutchouc chloroprène (CR)	6
9.5.3	Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR), IIR chloré (CIIR) et IIR bromé (BIIR)	6
9.5.4	Caoutchouc naturel (NR) ou caoutchouc isoprène synthétique (IR)	6
9.5.5	Caoutchouc butadiène-nitrile acrylique (NBR), NBR hydrogéné (HNBR) et NBR carboxylé (XNBR)	6
9.5.6	Caoutchouc butadiène-styrène (SBR)	7
10	Rapport d'essai	7
Annexe A (informative)	Schéma de principe d'un équipement de chromatographie	8
Annexe B (informative)	Exemples de conditions opératoires	9
Annexe C (informative)	Exemples de chromatogrammes	10
Annexe D (informative)	Composés chimiques identifiés dans les pyrolysats d'élastomères	12

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17257:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>

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 2, *Essais et analyses*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17257:2013), dont elle constitue une révision mineure pour corriger une erreur grammaticale dans le Domaine d'application.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17257:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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 4](#).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

ISO 1629, *Caoutchouc et latex — Nomenclature*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le 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 Liste des caoutchoucs

La liste suivante n'est pas limitative.

Les caoutchoucs sont présentés suivant l'ISO 1629.

4.1 Groupe M

4.1.1 Polyéthylène chloré (CM)

4.1.2 Polyéthylène chlorosulfoné (CSM)

4.1.3 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.

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

La méthode ne permet pas de les différencier.

4.2 Groupe O

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

La méthode ne permet pas de les différencier.

4.3 Groupe Q

4.3.1 Polysiloxanes (MQ, VMQ, PVMQ)

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17257-2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>

4.4 Groupe R

4.4.1 Caoutchouc butadiène (BR)

4.4.2 Caoutchouc chloroprène (CR)

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

La méthode ne permet pas de les différencier.

4.4.4 Caoutchouc naturel (NR) et caoutchouc isoprène synthétique (IR)

La méthode ne permet pas de les différencier.

4.4.5 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).

4.4.6 Caoutchouc butadiène-styrène (SBR)

La méthode permet de distinguer les caoutchoucs butadiène- α -méthylstyrène des caoutchoucs butadiène-styrène.

4.5 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.

5 Principe

5.1 Les caoutchoucs crus, ou les mélanges de caoutchoucs vulcanisés ou non vulcanisés 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.

5.2 Les résultats sont interprétés par examen des spectres de masse des pics chromatographiques spécifiques.

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de pureté analytique reconnue.

6.1 Solvants, pour l'extraction conformes à l'ISO 1407.

6.2 Gaz vecteur inerte.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Appareillage

7.1 Appareil d'extraction conforme à l'ISO 1407

ISO 17257:2020

https://standards.iteh.ai/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020

7.2 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](#).

7.2.1 Dispositif de pyrolyse

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

Divers types d'appareillages donnant une pyrolyse éclair et reproductible sont disponibles. Les trois types les plus courants sont les suivants:

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

7.2.2 Colonnes chromatographiques

7.2.2.1 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.

7.2.2.2 Exemples de colonnes capillaires utilisables

- Colonne capillaire en silice fondue de diamètre 0,32 mm et de 30 m, de type apolaire. Phase stationnaire — film de diméthyl polysiloxane, d'épaisseur 1 µm;
- Colonne capillaire en silice fondue de diamètre 0,32 mm et de 30 m, de type polaire. Phase stationnaire — film de polyéthylèneglycol, d'épaisseur 0,5 µm.

ITECH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Conditions opératoires

ISO 17257:2020

8.1 Généralités

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ec623ad-63f0-4385-a3bb-1510cbc5e292/iso-17257-2020>

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

8.2 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](#).

8.3 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.

8.4 Prise d'essai

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

8.5 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.

9 Interprétation des résultats

9.1 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.

9.2 Groupe M

9.2.1 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).

9.2.2 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)

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

- Ethène,1,1-difluoro (CAS 75-38-7)

9.3 Groupe O

9.3.1 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)

9.4 Groupe Q

9.4.1 Polysiloxanes (VMQ, PVMQ)

- Cyclotrisiloxane hexaméthyl (CAS 541-05-9)
- Cyclotétrasiloxane, octaméthyl (CAS 556-67-2)