



Norme
internationale

ISO 21561-2

**Caoutchouc styrène-butadiène
(SBR) — Détermination de la
microstructure du SBR polymérisé
en solution —**

**Partie 2:
Méthode par spectrométrie
infrarouge à transformée de Fourier
(FTIR) à réflexion totale atténuée
(ATR)**

*Styrene-butadiene rubber (SBR) — Determination of the
microstructure of solution-polymerized SBR —*

*Part 2: Fourier transform infrared spectrometry (FTIR) with
attenuated total reflection (ATR) method*

**Deuxième édition
2024-08**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
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	2
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Étalonnage	2
6.1 FTIR	2
6.2 ATR	2
7 Échantillonnage	2
8 Mode opératoire de mesurage du spectre ATR	3
9 Détermination de la microstructure du butadiène et de la teneur en styrène	3
9.1 Mesurage de l'absorbance pour chaque composant de la microstructure	3
9.2 Calcul des microstructures	4
9.2.1 Généralités	4
9.2.2 Correction de la ligne de base de chaque pic d'absorbance	5
9.2.3 Rapport d'absorbance	5
9.2.4 Termes du second ordre	5
9.2.5 Teneur en styrène et teneurs en trois types de microstructures de la partie butadiène par rapport au S-SBR des formules de régression	5
9.2.6 Teneurs en trois types de microstructures par rapport à la partie butadiène du S-SBR	6
10 Fidélité	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats de fidélité issus d'un programme d'essais interlaboratoires	8
Annexe B (informative) Acquisition de formules de régression pour la microstructure	11
Annexe C (informative) Détermination de la microstructure par spectrométrie RMN	13
Bibliographie	16

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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 21561-2:2016), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- [l'Article 3](#) a été ajouté;
- les unités de mesure de la teneur en styrène et de la microstructure du butadiène ont été remplacées par des unités SI;
- les conditions du spectre FTIR ont été déplacées au [8.1](#);
- une description des formules de régression a été ajoutée en [9.2.5](#) et [9.2.6](#);
- dans le [Tableau A.1](#), une cellule a été remplacée par la valeur correcte;
- en [C.3.1](#), les conditions de mesurage pour ¹³C-RMN ont été corrigées.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 21561 se trouve sur le site web de l'ISO.

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 styrène-butadiène (SBR) — Détermination de la microstructure du SBR polymérisé en solution —

Partie 2: Méthode par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) à réflexion totale atténuée (ATR)

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour objet 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 déterminer l'applicabilité de toute condition réglementaire nationale.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances, ou la génération de déchets, qui pourraient constituer un danger pour l'environnement local. Il convient de se référer à la documentation appropriée pour leur manipulation et leur élimination après utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les modes opératoires pour la détermination quantitative de la microstructure de la partie butadiène et la teneur en styrène du SBR polymérisé en solution (S-SBR) par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) avec méthode de réflexion totale atténuée (ATR). La teneur en styrène est exprimée en fraction massique par rapport au S-SBR. Les teneurs des trois microstructures types, c'est-à-dire vinyle, trans et cis, sont exprimées en fraction molaire par rapport à la partie butadiène du S-SBR. Cette méthode s'applique uniquement aux caoutchoucs bruts.

NOTE 1 La fidélité indiquée à l'[Annexe A](#) n'est pas toujours possible à obtenir pour les S-SBR contenant des blocs polystyrènes ou dont la teneur en styrène est supérieure à 45 %.

NOTE 2 Seuls les termes «vinyle», «trans» et «cis» sont utilisés dans le présent document. Cependant, les expressions «vinyle», «trans» et «cis» ont généralement la signification suivante:

- vinyle: unité vinyle, liaison vinyle, unité-1,2, liaison-1,2, unité vinyle-1,2 ou liaison vinyle-1,2;
- trans: unité trans-1,4, liaison trans-1,4, unité trans-1,4 ou liaison trans-1,4;
- cis: unité cis-1,4, liaison cis-1,4, unité cis-1,4 ou liaison cis-1,4.

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 1382, *Rubber — Vocabulary*

ISO 1795, *Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions données dans l'ISO 1382 s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

Le spectre IR de l'échantillon S-SBR est mesuré par FTIR avec ATR. Les absorbances caractéristiques de chaque composant de la microstructure et du styrène au nombre d'ondes spécifié sont utilisées pour déterminer la teneur de chaque composant à l'aide des formules spécifiques présentées dans le présent document.

5 Appareillage

5.1 FTIR, avec les spécifications suivantes:

- détecteur: sulfate deutéré de triglycine (DTGS) ou sulfate de triglycine (TGS);
- résolution: 2 cm⁻¹.

5.2 ATR, avec les spécifications suivantes:

- type: ATR à réflexion simple;
- cristal: Diamant;
- angle d'incidence: 45°;
- pince de pression pour échantillon: pince concave ou plate capable de maintenir une pression constante sur l'échantillon. L'utilisation d'une clé dynamométrique est recommandée.

6 Étalonnage

6.1 FTIR

Régler l'alignement du banc optique du spectromètre FTIR conformément au manuel d'instructions du fabricant.

6.2 ATR

Placez l'ATR dans la chambre d'échantillonnage du FTIR et réglez l'alignement optique de l'ATR conformément au manuel d'instructions du fabricant.

7 Échantillonnage

7.1 Préparer les échantillons d'essai conformément à l'ISO 1795.

NOTE L'extraction des huiles de dilution courantes par solvant n'est pas nécessaire.

7.2 Découper une éprouvette dans l'échantillon d'essai. L'éprouvette doit avoir une surface plane afin d'assurer un bon contact avec le cristal ATR et être approximativement de la même taille que le cristal, généralement quelques millimètres carrés.

8 Mode opératoire de mesurage du spectre ATR

8.1 Configurez le FTIR conformément au manuel d'instructions du fabricant et définissez les conditions de mesurage comme suit:

- Résolution: 2 cm^{-1} ;
- Nombre de balayages: 32;
- Plage de nombres d'onde: 600 cm^{-1} à $1\,800\text{ cm}^{-1}$.

8.2 Régler l'ATR avec les spécifications dans une chambre d'échantillonnage FTIR.

8.3 Mesurer le spectre de bruit de fond sans échantillon sur le cristal ATR dans les conditions indiquées en [8.1](#).

8.4 Placer l'éprouvette sur le cristal ATR et la placer en contact aussi complet que possible avec la surface du cristal, de préférence à l'aide de la pince spécifiée en [5.2](#). Le contact entre l'éprouvette et le cristal influe sur l'absorbance des spectres ATR.

8.5 Mesurer le spectre de l'échantillon dans les conditions indiquées en [8.1](#).

8.6 L'atmosphère de la chambre d'échantillonnage pour la FTIR doit être maintenue constante pendant les mesures de bruit de fond et les mesures sur les éprouvettes afin d'éviter les influences de l'absorbance à 668 cm^{-1} et 723 cm^{-1} par le CO_2 .

9 Détermination de la microstructure du butadiène et de la teneur en styrène

9.1 Mesurage de l'absorbance pour chaque composant de la microstructure

Mesurer les valeurs d'absorbance aux nombres d'onde correspondant aux composants de la microstructure, comme indiqué dans le [Tableau 1](#). Pour le cis, les pics d'absorption sont faibles et le nombre d'onde des pics est influencé par la teneur en styrène du polymère.

La [Figure 1](#) donne un exemple de spectre ATR d'un S-SBR type.