

745

NORME INTERNATIONALE **ISO** 4656 / I



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

pour la révision

Ingrédients de mélange

~~Noir de carbone pour l'industrie du caoutchouc~~ — ~~Noir de carbone~~ —

Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle —

Partie 1 : Méthode à l'absorptiomètre

Rubber compounding ingredients — Carbon black

Carbon black for use in the rubber industry — Determination of dibutylphthalate

absorption number —

Part 1 : Method using absorptometer

Première édition — 1978-07-01

CDU 678.046.2 : 620.16

Réf. no : ISO 4656/I-1978 (F)

Descripteurs : industrie des élastomères, caoutchouc, noir de carbone, essai physique, détermination, absorptivité, phtalate de dibutyle, absorptiomètre.

Prix basé sur 7 pages

ISO 4656/I-1978 (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 confiée aux comités techniques de l'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 4656/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en mars 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Sri Lanka
Australie	Inde	Suède
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Italie	Turquie
Brésil	Mexique	U.R.S.S.
Bulgarie	Pays-Bas	U.S.A.
Canada	Pologne	Yougoslavie
Espagne	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Noir de carbone pour l'industrie du caoutchouc — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle — Partie I : Méthode à l'absorptiomètre

0 INTRODUCTION

Le degré d'agrégation des particules de noir de carbone exerce une influence sur les caractéristiques des vulcanisats et sur les autres propriétés des mélanges dans lesquels on a incorporé ce noir de carbone. L'espace entre les agglomérats de noir de carbone dépend du degré d'agrégation du noir. On peut estimer le volume de cet espace par celui de phtalate de dibutyle absorbé par l'unité de masse de noir de carbone. L'absorption de phtalate de dibutyle est donc une indication du degré d'agrégation du noir de carbone.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 4656 spécifie une méthode de détermination, à l'aide d'un absorptiomètre, de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle par le noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

NOTE — L'ISO 4656/II spécifiera une méthode basée sur l'emploi d'un « plastographe » ou d'un « plasticorder ».

2 RÉFÉRENCE

ISO 1126, *Noir de carbone pour l'industrie des élastomères — Détermination de la perte à la chaleur.*

3 PRINCIPE

Le phtalate de dibutyle est ajouté à une prise d'essai de noir de carbone, celui-ci étant agité au moyen de rotors. Au fur et à mesure de l'addition du liquide, le mélange passe de l'état de poudre pouvant s'écouler librement à l'écart de masse semi-plastique. Le point final de la détermination est atteint lorsque le couple résistant, engendré par l'accroissement de consistance du mélange, atteint une valeur pré-réglée.

4 RÉACTIF

Phtalate de dibutyle, ρ_{25} 1,045 à 1,050 g/ml.

5 APPAREILLAGE

5.1 Absorptiomètre Brabender,¹⁾ type A ou B (voir annexe A), comprenant les parties essentielles suivantes :

5.1.1 Chambre de mélangeage.

5.1.2 Rotors, équipant la chambre de mélangeage (5.1.1), entraînés par un moteur tournant à la fréquence de 2,08 Hz.

5.1.3 Dispositif détecteur de couple résistant, composé d'un ressort et d'un amortisseur muni d'un pointeau de réglage, l'ensemble agissant sur un interrupteur qui arrête automatiquement les rotors (5.1.2) et la burette (5.1.4) dès que le couple résistant atteint la valeur pré-réglée. Les instructions concernant la vérification et le réglage de l'appareil sont données dans l'annexe A.

5.1.4 Burette à débit constant, pré-réglée de façon à délivrer du phtalate de dibutyle à un débit de $4,0 \pm 0,024$ ml/min. Les instructions concernant la vérification de la burette sont données dans l'annexe B.

5.2 Étuve, modèle à convection par gravité, réglable à 105 ± 2 °C.

5.3 Balance, précise à 0,01 g.

5.4 Dessiccateur.

5.5 Appareil capable de pulvériser le noir de carbone,²⁾ si la pulvérisation s'avère nécessaire (voir la note en 8.2).

5.6 Spatule.

1) L'absorptiomètre Brabender peut être obtenu auprès de

C. W. Brabender Instruments Inc.
50E Wesley St.
South Hackensack N.J. 07606
U.S.A.

2) Un moulin à café convient pour l'essai.

6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Sécher une quantité de l'échantillon de noir de carbone suffisante pour au moins trois prises d'essai (voir 8.3), durant 1 h, à l'étuve réglée à 105 ± 2 °C, en suivant les prescriptions de l'ISO 1126. Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.4) jusqu'à la température ambiante. Maintenir l'échantillon séché dans le dessiccateur jusqu'à l'exécution de l'essai.

7 CONDITIONS D'ESSAI

L'essai sera de préférence réalisé dans les conditions ambiantes, soit à 23 ± 2 °C et à (50 ± 5) % d'humidité relative, soit à 27 ± 2 °C et à (65 ± 5) % d'humidité relative.

Il est recommandé de maintenir le réactif et l'appareillage dans le local d'essai suffisamment longtemps pour qu'ils atteignent la température ambiante.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Vérification de l'absorptiomètre et de la burette à débit constant

Procéder selon les annexes A et B.

8.2 Étalonnage de l'absorptiomètre

Suivre le mode opératoire spécifié en 8.3 et 8.4, en utilisant des noirs étalons de référence (voir tableau 1).

TABLEAU 1 – Noirs de référence convenables

Noir étalon de référence	Valeur admise
	ml/100 g
SRF (A1)	$72,4 \pm 1$
HAF (B1)	$96,6 \pm 1$
ISAF (C1)	$122,6 \pm 1$
GPF	*
GPF-HS/APF	*
HAF-LS	*

* Un autre document, intitulé *Noir de carbone pour l'industrie du caoutchouc – Données sur les noirs de référence*, qui contient des données sur d'autres noirs de référence courants, est en préparation, et inclura les types GPF, GPF-HS/APF et HAF-LS.

NOTE – Certains appareils, en particulier ceux dont la chambre et les rotors possèdent un état de surface hautement poli, peuvent donner lieu à des résultats élevés et très variables pour les noirs du type GPF et du type GPF-HS/APF, du fait d'un développement irrégulier du couple résistant près du point final. Parfois, aucun point final n'est atteint.

Dans ces cas-là, il est recommandé de pulvériser ces noirs avant de peser l'échantillon.

On peut également réduire la tension du ressort et/ou ouvrir davantage le pointeau de l'amortisseur.

Si l'on effectue de tels changements, il sera nécessaire d'étalonner à nouveau l'appareil en utilisant tous les étalons.

Parfois, une valeur acceptable peut être obtenue en utilisant un pré-réglage du couple inférieur à 5 (voir 8.4.2).

Des essais sur les noirs étalons de référence doivent être faits un nombre suffisant de fois pour établir des valeurs précises. Deux résultats d'essai seront considérés comme acceptables si leur différence ne dépasse pas 1,6 ml/100 g.

Si, après vérification et ajustement, un appareil donne toujours des valeurs différentes de celles qui sont admises, la régression des valeurs admises sur les valeurs observées doit être calculée selon la méthode des moindres carrés. On peut également tracer un graphique des valeurs admises en fonction des valeurs observées. Il peut être nécessaire d'utiliser deux équations ou graphiques différents, les uns pour la série de noirs de référence SRF, GPF et GPF-HS/APF, et les autres pour la série de noirs de référence HAF-LS, HAF et ISAF.

Les résultats d'essai sur les échantillons à analyser doivent être corrigés en utilisant l'équation ou le graphique approprié(e).

Les essais sur les noirs étalons de référence doivent être faits périodiquement et, si cela est nécessaire, de nouvelles équations doivent être calculées ou de nouveaux graphiques doivent être tracés.

8.3 Prise d'essai

Peser, à 0,02 g près, une masse de l'échantillon séché de noir de carbone, conforme à la liste suivante :

- 15 g pour les noirs d'acétylène et les noirs de four dits conducteurs;
- 25 g pour les SRF à structure normale;
- 40 g pour les noirs thermiques;
- 20 g pour tous les autres noirs, y compris les noirs étalons de référence.

NOTE – Pour les noirs de masse volumique apparente élevée qui ne remplissent pas assez la chambre de mélangeage (5.1.1), il peut être nécessaire d'augmenter la masse de la prise d'essai de sorte qu'un couple suffisant soit développé pour atteindre le point final.

8.4 Détermination

8.4.1 Introduire la prise d'essai (8.3) dans la chambre de mélangeage (5.1.1) de l'absorptiomètre (5.1) étalonné comme cela est spécifié en 8.2.

8.4.2 Remettre en place le couvercle de la chambre. Régler l'indicateur de couple d'arrêt (voir 5.1.3) sur 5 (voir la note en 8.2). Vérifier que le sélecteur de vitesse (s'il est prévu) du dispositif enregistreur de couple résistant est dans la position correcte.

8.4.3 Vérifier l'écoulement de réactif en tournant la tubulure d'arrivée au-dessus d'un récipient auxiliaire et en mettant la burette (5.1.4) en marche; le filet de phtalate de dibutyle (chapitre 4) qui s'écoule de la burette, ainsi que la tubulure d'arrivée, doivent être exempts de bulles d'air. Arrêter la burette. Centrer la tubulure d'arrivée au-dessus de la chambre de mélangeage et régler l'appareil sur « automatique ».

8.4.4 Mettre le compteur de la burette à zéro.

8.4.5 Appuyer sur le bouton de démarrage.

8.4.6 Noter l'indication du compteur de la burette après l'arrêt de l'appareil.

8.4.7 Démonter la chambre de mélangeage, et nettoyer les rotors (5.1.2) et la chambre à l'aide de la spatule (5.6).

NOTE – On peut simplifier le nettoyage en ajoutant un peu de noir sec et en faisant fonctionner l'absorptiomètre avant de démonter la chambre, cela pendant que la burette est en remplissage.

8.4.8 Remonter la chambre de mélangeage.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'indice d'absorption de phtalate de dibutyle, D , du noir de carbone est donné, en millilitres pour 100 g, par la formule

$$D = \frac{V}{m} \times 100$$

où

V est le volume, en millilitres, de phtalate de dibutyle utilisé (8.4.6);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.3).

Prendre comme résultat la moyenne des valeurs obtenues sur deux prises d'essai, à condition qu'elles ne diffèrent pas de plus de 1,6 ml/100 g. Si les valeurs diffèrent d'une quantité supérieure, effectuer des essais supplémentaires sur le même échantillon jusqu'à ce que trois valeurs satisfaisant à cette limite soit obtenues.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) conditions d'essai;
- d) masse de la prise d'essai;
- e) position de l'indicateur de couple d'arrêt;
- f) résultats obtenus à partir de chacun des essais, ainsi que leur moyenne.

ANNEXE A

VÉRIFICATION ET RÉGLAGE DU RESSORT ANTAGONISTE ET DE L'AMORTISSEUR HYDRAULIQUE

A.1 APPAREILLAGE

A.1.1 Peson à ressort, échelle 0 à 150 N.

A.1.2 Corde, de longueur 450 mm, munie d'une boucle à chaque extrémité. (Pour l'absorptiomètre du type A seulement.)

A.1.3 Jauge, pour le réglage du ressort. (Pour l'absorptiomètre du type A seulement.)¹⁾

A.1.4 Chronomètre.

A.2 ABSORPTIOMÈTRE MODÈLE A

A.2.1 Vérification

Fixer la boucle d'une extrémité de la corde (A.1.2) à l'écrou faisant saillie à l'arrière du tambour du dynamomètre différentiel (voir figure 1).

Enrouler la corde deux fois autour du tambour dans le sens inverse des aiguilles d'une montre.

Glisser la boucle libre de la corde autour du crochet inférieur du peson (A.1.1) (voir figure 1).

Mettre le bouton du mode d'alimentation sur «automatique», mettre en marche l'absorptiomètre et régler l'indicateur de couple d'arrêt sur 5.

Exercer de bas en haut une traction constante sur le peson jusqu'à ce que l'indicateur de couple atteigne la position 0 et que l'appareil s'arrête.

Lire la force appliquée sur le peson.

Si cette force est comprise entre 80 et 90 N, le réglage est satisfaisant.

A.2.2 Réglage du ressort antagoniste

Si l'appareil a été démonté depuis sa construction, vérifier la position du collier d'accouplement du dynamomètre et la hauteur du ressort, et régler le cas échéant. Pour cela, insérer la jauge (A.1.3) entre le collier d'accouplement du dynamomètre et l'embase du ressort. Ajuster la position du collier d'accouplement en le faisant monter ou en l'abaissant suivant le cas, de façon à se conformer aux dimensions de la jauge (voir figure 1). Vérifier que la hauteur de l'axe du ressort est correcte en inversant la jauge et en l'intercalant entre le sommet de l'axe du ressort et l'embase de celui-ci, comme le montre la figure 1.

Régler la hauteur en desserrant le collier d'accouplement du dynamomètre et le collier d'arrêt du ressort, et en faisant glisser l'axe du ressort vers le haut ou vers le bas, suivant le cas.

1) Voir note 1) de bas de page 1.

2) General Electric silicone 96 ou équivalente.

Si l'indication du peson est trop élevée, c'est un indice d'une friction excessive ou d'un réglage défectueux du ressort antagoniste. Vérifier que l'ensemble est bien lubrifié, que les engrenages ne sont pas usés, que les paliers ne sont pas secs et que la tête de mesure du train d'engrenages n'est pas coincé par de la graisse durcie. Si tous ces détails sont satisfaisants, régler le ressort de façon à obtenir une lecture entre 80 et 90 N. Corriger en ajustant ou en remplaçant le ressort.

A.2.3 Réglage de l'amortisseur hydraulique

Vérifier que le cylindre de l'amortisseur est rempli de l'huile convenable²⁾. Régler le pointeau de réglage de l'amortisseur de façon à obtenir un temps de retour sur l'échelle complète du dispositif détecteur de couple de 11 ± 1 s. Pour cela, lever l'ensemble à la main et relâcher.

A.3 ABSORPTIOMÈTRE MODÈLE B

A.3.1 Vérification

Accrocher le peson (A.1.1) à la tige, à laquelle est attaché le ressort isoélastique (voir figure 2).

Mettre le bouton du mode d'alimentation sur «automatique», mettre en marche l'absorptiomètre et régler le bouton de réglage du couple d'arrêt sur 5.

Exercer de bas en haut une traction constante sur le peson à ressort jusqu'à ce que l'indicateur de couple atteigne la position 0 et que l'appareil s'arrête.

Lire la force appliquée sur le peson.

Si cette force est comprise entre 17,5 et 25 N, le réglage est satisfaisant.

A.3.2 Réglage du ressort isoélastique

Si l'indication du peson est en dehors des limites précédentes, vérifier que la pression n'est pas excessive, que l'ensemble est bien lubrifié, que les engrenages ne sont pas usés, que les paliers ne sont pas secs et qu'il n'y a pas de graisse durcie. Corriger en agissant sur la vis se trouvant au bas du ressort ou déplacer le contrepoids.

A.3.3 Réglage de l'amortisseur hydraulique

Vérifier que le cylindre de l'amortisseur est rempli de l'huile convenable²⁾. Régler le pointeau de réglage de l'amortisseur (bouton noir derrière l'appareil) de façon à obtenir un temps de retour sur l'échelle complète du dispositif détecteur de couple de $3 \pm 0,5$ s. Pour cela, lever l'ensemble à la main et relâcher.

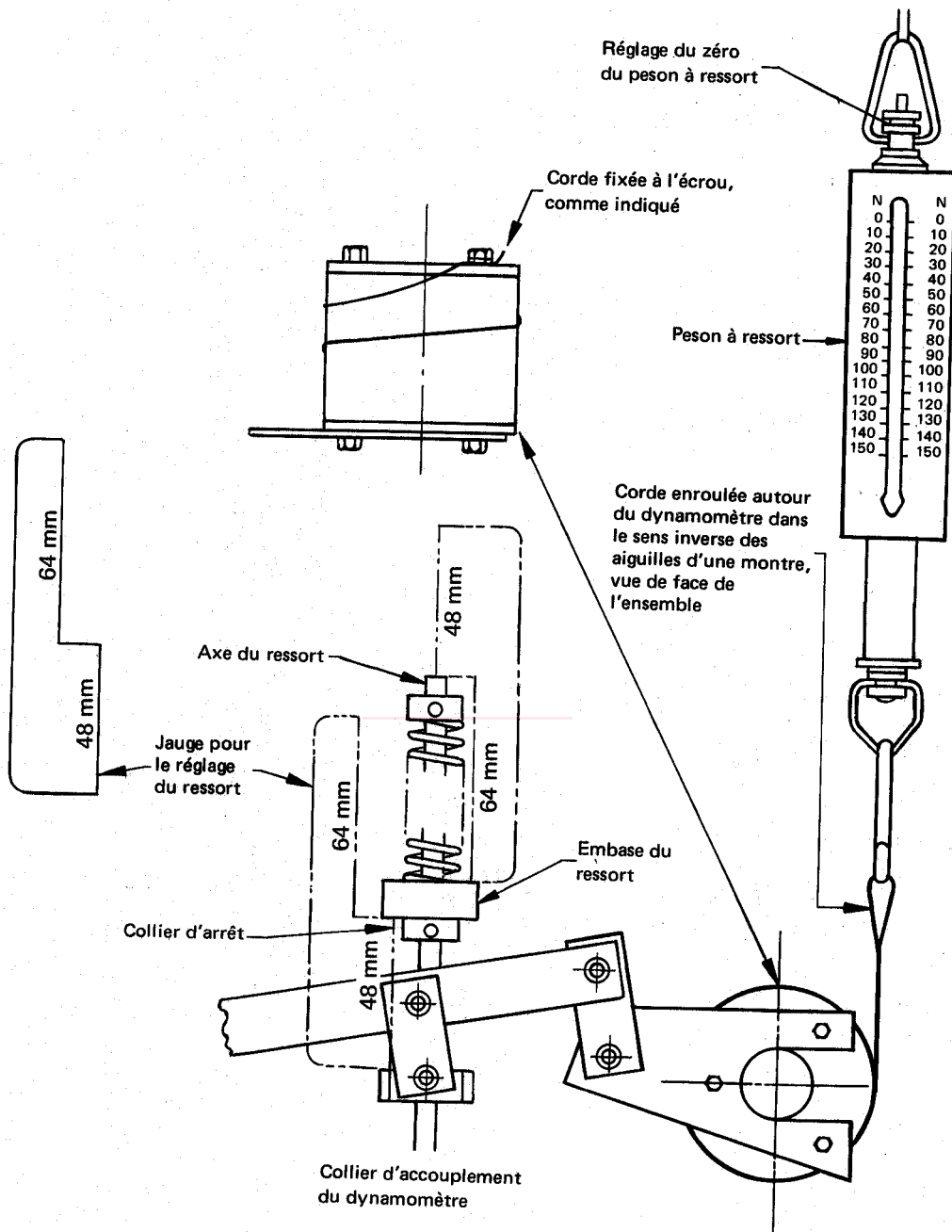


FIGURE 1 – Absorptiomètre modèle A

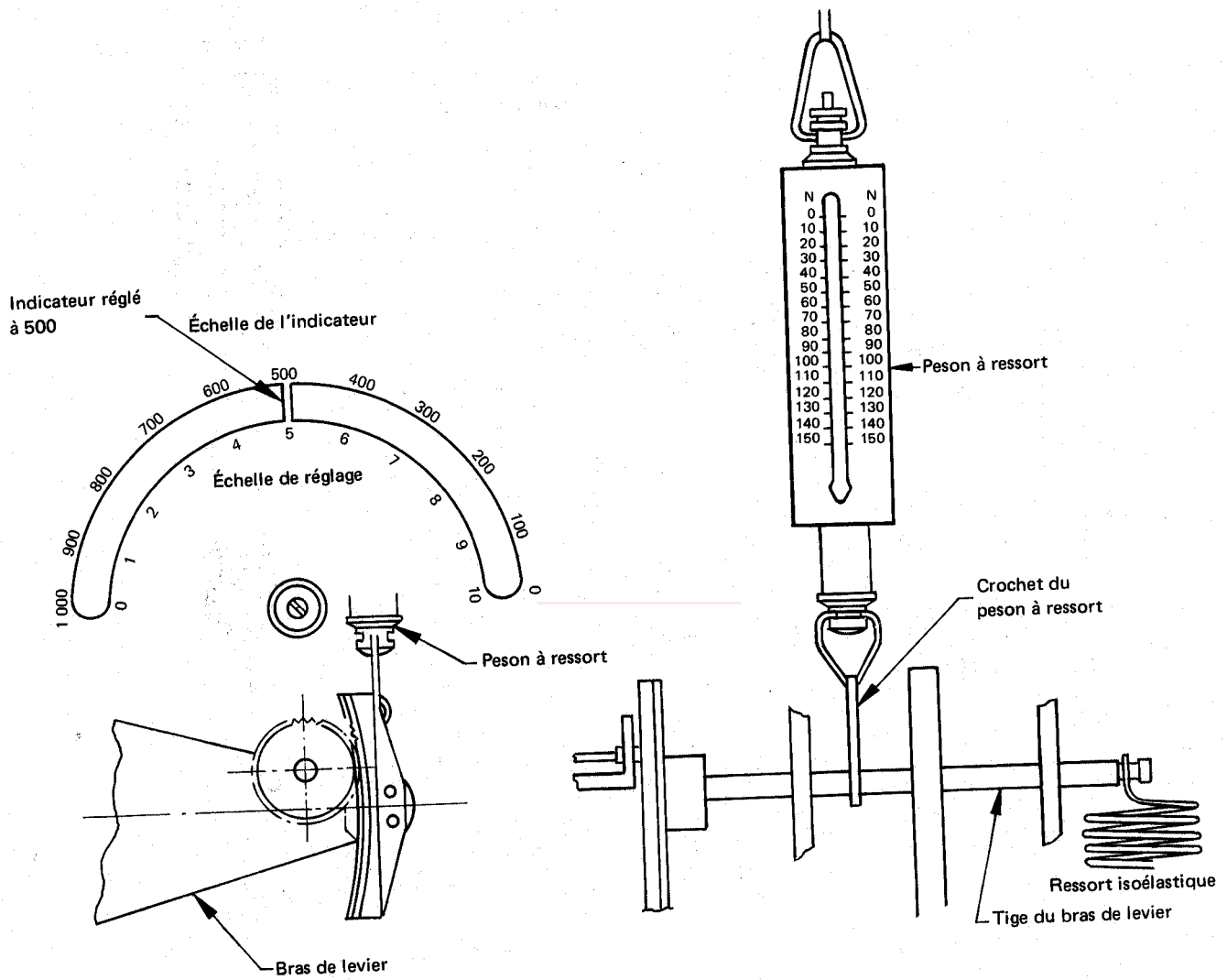


FIGURE 2 — Absorptiomètre modèle B

ANNEXE B

VÉRIFICATION DE LA BURETTE À DÉBIT CONSTANT

B.1 GÉNÉRALITÉS

La burette à débit constant fait partie intégrante de l'instrument de mesurage d'absorption. Une déficience dans l'écoulement de la quantité prescrite de réactif dans le noir de carbone entraînera des résultats erronés.

B.2 RÉACTIF

Phtalate de dibutyle, ρ_{25} 1,045 à 1,050 g/ml.

B.3 APPAREILLAGE**B.3.1 Chronomètre.****B.3.2 Bécher, de capacité 150 ml.****B.3.3 Balance, précise à 0,01 g près.****B.3.4 Tube, en plastique résistant au gonflement par le phtalate de dibutyle.****B.4 VÉRIFICATION PRÉLIMINAIRE**

S'assurer qu'il n'y a pas d'air occlus dans le tube en plastique (B.3.4) et dans la tubulure d'alimentation, en particulier au-dessus de l'orifice d'écoulement. L'air occlus peut provoquer un écoulement défectueux du réactif.

B.5 MÉTHODE DE VÉRIFICATION

Vérifier que le joint torique et le tube en plastique n'ont pas été ramollis par le réactif, et assembler la burette.

Remplir la burette et les tubes d'écoulement avec le réactif (chapitre B.2). S'assurer que tout l'air a été éliminé du circuit.

La burette étant complètement remplie, tourner le robinet

en position «vidange». Faire s'écouler le réactif jusqu'à l'obtention d'un débit constant sortant de la tubulure.

Arrêter la burette et remettre le compteur numérique à zéro.

Peser le bécher (B.3.2) à 0,01 g près et le présenter sous la tubulure d'écoulement.

Mettre simultanément en marche la burette et le chronomètre (B.3.1).

Au bout de 2 min exactement, arrêter la burette et relever le compteur numérique. Peser et noter la masse du réactif écoulé. Répéter cette opération pour des temps de 4 min et de 8 min.

B.6 APPRÉCIATION DE LA VÉRIFICATION

B.6.1 Le volume, V , du réactif écoulé est donné, en millilitres, par la formule

$$V = \frac{m}{\rho}$$

où

m est la masse, en grammes, du réactif écoulé;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, du réactif.

B.6.2 Le fonctionnement de la burette est jugé satisfaisant si les exigences du tableau 2 sont satisfaites.

TABLEAU 2 — Exigences pour la burette

Durée	Lecture du compteur	Volume du réactif écoulé
min		ml
2	8,00 ± 0,05	8,00 ± 0,05
4	16,00 ± 0,05	16,00 ± 0,10
8	32,00 ± 0,05	32,00 ± 0,20

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4656-1:1978](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3c56309-45eb-4e2e-bd9d-1f6d78adec4f/iso-4656-1-1978>