

# NORME INTERNATIONALE

**ISO  
4656-1**

Troisième édition  
1992-12-15

---

---

## Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle —

**Partie 1:**  
Méthode à l'absorptiomètre

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4656-1-1992>  
*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of  
dibutyl phthalate absorption number —  
Part 1: Method using absorptometer*



Numéro de référence  
ISO 4656-1:1992(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 4656-1 a été élaborée 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4656-1:1985), dont elle constitue une révision rédactionnelle.

L'ISO 4656 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle*:

- *Partie 1: Méthode à l'absorptiomètre*
- *Partie 2: Méthode au plastographe ou au plasticorder*

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 4656.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## 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 des particules de noir. On peut estimer le volume de cet espace par celui de phtalate de dibutyle absorbé par une masse donnée de noir de carbone. L'absorption de phtalate de dibutyle est donc une indication du degré d'agrégation et d'agglomération du noir de carbone.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4656-1:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3b95facc-64b1-443e-b652-996beb447afb/iso-4656-1-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3b95facc-64b1-443e-b652-996beb447afb/iso-4656-1-1992>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4656-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3b95facc-64b1-443e-b652-996beb447afb/iso-4656-1-1992>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle —

## Partie 1: Méthode à l'absorptiomètre

**AVERTISSEMENT** — La présente partie de l'ISO 4656 peut porter sur des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. Elle n'a pas la prétention de répertorier tous les problèmes de sécurité afférents à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 4656 de mettre au point des méthodes appropriées en matière de sécurité et de santé et de déterminer l'applicabilité des limites imposées avant son utilisation.

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4656 prescrit une méthode pour la 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 1** ISO 4656-2:1991, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle — Partie 2: Méthode au plastographe ou au plasticorder*, prescrit une méthode basée sur l'emploi d'un plastographe ou d'un plasticorder.

### 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 4656. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 4656 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/996beb447afb/iso-4656-1-1992>

et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 1126:1992, *Ingrédients de mélange de caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur*.

ISO 6809:1989, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Noirs de référence*.

### 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 très fluide à l'état 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 prééglée calculée à partir d'une courbe de couples.

### 4 Réactif

**4.1 Phtalate de dibutyle**,  $\rho_{25}$  1,045 Mg/m<sup>3</sup> à 1,050 Mg/m<sup>3</sup>.

## 5 Appareillage

**5.1 Absorptiomètre**<sup>1)</sup>, type A ou B (voir annexe A), constitué des éléments mentionnés de 5.1.1 à 5.1.4.

**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 préréglée. Des instructions concernant la vérification et le réglage de l'appareil sont données dans l'annexe A.

**5.1.4 Burette à débit constant**, préréglée de façon à délivrer du phtalate de dibutyle à un débit de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 0,024 \text{ cm}^3/\text{min}$ . Des instructions concernant la vérification de la burette sont données dans l'annexe B.

**5.2 Étuve**, modèle à convection par gravité, réglable à  $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  ou  $125 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

**5.3 Balance**, précise à 0,01 g.

**5.4 Dessiccateur.**

**5.5 Appareil permettant de pulvériser le noir de carbone**<sup>2)</sup>, si cela s'avère nécessaire (voir 8.2, note 2).

**5.6 Spatule.**

## 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 dans l'étuve (5.2) réglée à  $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  ou  $125 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ , 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

Il convient de réaliser l'essai dans les conditions ambiantes, soit à  $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  et  $(50 \pm 5) \%$  d'hu-

midité relative, soit à  $27 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  et  $(65 \pm 5) \%$  d'humidité relative.

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

## 8 Mode opératoire

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

Procéder comme décrit dans 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 de référence indiqués dans l'ISO 6809.

NOTE 2 Certains appareils, en particulier ceux dont la chambre et les rotors possèdent un état de surface hautement poli, peuvent donner des résultats élevés et très variables pour les noirs N 650, N 660 et N 683, 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 la prise d'essai.

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 noirs de référence.

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

Une étude est en cours à partir de laquelle il sera possible de recommander une spécification de chambre appropriée afin d'éviter de tels problèmes.

Des essais sur les noirs de référence doivent être effectués en nombre suffisant afin d'établir des valeurs précises.

Si, après vérification et ajustement, un appareil donne toujours des valeurs différentes de celles 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.

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

1) Cet appareil est disponible sur le marché. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat de l'ISO/TC 45/SC 3.

2) Un moulin à café convient pour cet usage.

Les essais sur les noirs de référence doivent être faits périodiquement et, si ceci est nécessaire, de nouvelles équations doivent être calculées ou un nouveau graphique doit être tracé.

### 8.3 Prise d'essai

Peser, à 0,02 g près, une masse de l'échantillon séché de noir de carbone conforme au tableau 1.

**Tableau 1 — Masse de la prise d'essai**

Type de noir de carbone	Masse de la prise d'essai g
N 472	15
Séries N 630, N 642 et N 700 sauf N 765 et N 785	25
Séries N 800 et N 900	40
Tous autres types	20

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 8.2, note 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 phtalate de dibutyle (4.1) 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 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** Démontez la chambre de mélangeage et nettoyez les rotors (5.1.2) et la chambre à l'aide de la spatule (5.6).

NOTE 3 On peut simplifier le nettoyage en ajoutant un peu de noir sec et en faisant fonctionner l'absorptiomètre avant le démontage de la chambre, 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, exprimé en centimètres cubes pour 100g, est donné par l'équation

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

où  $V$  est le volume, en centimètres cubes, de phtalate de dibutyle utilisé en 8.4.6;

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

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 4656;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- température de séchage utilisée (105 °C ou 125 °C);
- conditions d'essai;
- masse de la prise d'essai;
- position de l'indicateur de couple d'arrêt;
- résultats obtenus à partir de chacune des déterminations ainsi que leur moyenne.

## Annexe A (normative)

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

**A.1.3 Jauge**, pour le réglage du ressort. (Pour l'absorptiomètre type A seulement.)<sup>3)</sup>

**A.1.4 Chronomètre.**

#### A.2 Absorptiomètre type 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 A.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 A.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 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 80 N 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 A.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 A.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.

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 N 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 convenable<sup>4)</sup>. 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  $11 \text{ s} \pm 1 \text{ s}$ . Pour cela, lever l'ensemble à la main et relâcher.

3) Cet appareil est disponible sur le marché. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat de l'ISO/TC 45/SC 3.

4) General Electric silicone 96 est un exemple d'huile appropriée disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 4656 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'huile ainsi désignée.



### A.3 Absorptiomètre type B

#### A.3.1 Vérification

Accrocher le peson (A.1.1) à la tige, à laquelle est attaché le ressort isoélastique (voir figure A.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 N 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 convenable<sup>4</sup>. 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  $3 \text{ s} \pm 0,5 \text{ s}$ . Pour cela, lever l'ensemble à la main et relâcher.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4656-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3b95facc-64b1-443e-b652-996beb447afb/iso-4656-1-1992>