
Norme internationale



4656/2

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

**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**

Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of dibutylphthalate absorption number — Part 2 : Method using plastograph or plasticorder

Première édition — 1981-09-15

CDU 678.046.2 : 543.8

Réf. n° : ISO 4656/2-1981 (F)

Descripteurs : industrie des élastomères, noir de carbone, analyse chimique, détermination, absorptivité.

Prix basé sur 5 pages

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 4646/2 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 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R. F.	Espagne	Royaume-Uni
Belgique	France	Suède
Brésil	Hongrie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Inde	Thaïlande
Canada	Italie	Turquie
Chine	Mexique	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	USA
Danemark	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

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

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 une 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 plastographe ou d'un plasticorder, de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle par le noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

NOTE — L'ISO 4656/1 spécifie une méthode basée sur l'emploi d'un absorptiomètre.

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 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 préréglée calculée à partir d'une courbe de couples.

4 Réactif

Phtalate de dibutyle, ρ_{25} 1,045 à 1,050 g/cm³.

5 Appareillage

5.1 **Plastographe ou plasticorder**¹⁾, constitué des éléments suivants :

5.1.1 **Chambre de mélangeage spéciale.**¹⁾

5.1.2 **Burette à niveau constant, débitant 4 cm³/min.**¹⁾

5.1.3 **Interrupteur automatique à induction.**

5.1.4 **Enregistreur, pour l'enregistrement du couple.**

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 permettant de pulvériser le noir de carbone**²⁾, si cela s'avère nécessaire (voir note en 8.2).

5.6 **Spatule.**

6 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante de l'échantillon de noir de carbone durant une heure, à l'étuve (5.2) 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.

1) Cet appareil est disponible commercialement. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat de l'ISO/TC 45 (BSI) ou auprès du Secrétariat central de l'ISO.

2) Un moulin à café convient pour cet usage.

7 Conditions d'essai

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

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

8 Mode opératoire

8.1 Réglage et vérification du plastographe ou du plasticorder et de la burette à niveau constant

Procéder comme décrit dans les annexes A et B.

8.2 Étalonnage du plastographe ou du plasticorder

Suivre le mode opératoire spécifié en 8.3 et 8.4, en utilisant des noirs étalons de référence¹⁾ (voir tableau 1).

Tableau 1 — Noirs étalons de référence

Noir étalon de référence	Indice d'absorption de phtalate de dibutyle
	cm ³ /100 g
A ₂	71,0 ± 1
B ₂	97,5 ± 1
C ₂	122,7 ± 1
D ₂	129,5 ± 1
E ₂	90,3 ± 1
F ₂	65,1 ± 1

NOTE — 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, N 683 et N 765, 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.

Des essais sur les noirs étalons de référence doivent être effectués en nombre suffisant afin d'établir des valeurs précises. Deux résultats d'essai seront considérés comme acceptables si leur différence n'excède pas 1,6 cm³/100 g.

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. Il peut être nécessaire d'utiliser deux équations ou graphiques différents, les uns pour la série de noirs étalons de

référence F₂, E₂, D₂, et les autres pour la série de noirs étalons de référence A₂, B₂, et C₂.

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 au tableau 2.

Tableau 2 — Masse de la prise d'essai

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

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 telle 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).

8.4.2 Faire démarrer le plasticorder, puis l'enregistreur (5.1.4) et enfin l'écoulement du phtalate de dibutyle. L'écoulement du phtalate de dibutyle s'arrêtera automatiquement par induction au niveau d'un couple présélectionné (généralement, environ 400 unités plastographe). Noter le volume de phtalate de dibutyle utilisé.

En variante, enregistrer la courbe de couple sans arrêt automatique par induction et noter la valeur à 70 % du couple maximal.

8.4.3 Démontez la chambre de mélangeage et nettoyez les rotors 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'appareil avant le démontage de la chambre, pendant que la burette est en remplissage.

8.4.4 Remonter la chambre de mélangeage.

1) Les spécifications des noirs étalons de référence seront le sujet de l'ISO 6809.

9 Expression des résultats

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

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

où

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

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

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) résultats obtenus à partir de chacune des déterminations ainsi que leur moyenne.

Annexe A

Réglage et vérification du plastographe ou du plasticorder

Régler et vérifier les paramètres du plastographe ou du plasticorder comme suit :

Position de la suspension : 1:1

Temps d'amortissement de 1 000 mp (1 000 unités plastographe) à 100 mp (100 unités plastographe) : 7 s

Fréquence de rotation de la chambre de mélangeage :
125 min⁻¹ (2,08 Hz)

Réglage du contrepois de la balance de manière que le couple 1 000 mp (1 000 unités plastographe) corresponde à la déviation maximale : Position \times 5

Charge initiale : Nulle

Déviations de l'aiguille lorsque la chambre de mélangeage est vide : 5 à 20 unités

Déroulement du papier : 4 cm/min

Annexe B

Vérification de la burette à débit constant

B.1 Généralités

La burette à débit constant fait partie intégrante de l'instrument de mesure 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/cm³.

B.3 Appareillage

B.3.1 Chronomètre.

B.3.2 Bécher, de capacité 150 cm³.

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 phtalate de dibutyle (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 phtalate de dibutyle 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 poser 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 de réactif écoulée. Répéter cette opération pour des temps de 4 min et de 8 min.

B.6 Appréciation de la vérification

B.6.1 Calculer le volume V , en centimètres cubes, de réactif écoulé, en utilisant la formule

$$V = \frac{m_1}{\rho}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de réactif écoulé;

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

B.6.2 Le fonctionnement de la burette est jugé satisfaisant si les conditions du tableau 3 sont remplies.

Tableau 3 — Conditions requises

Durée	Lecture du compteur	Volume de réactif écoulé
min		cm ³
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