

45

NORME INTERNATIONALE

ISO 4656-2

Deuxième édition
1991-12-01

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

Partie 2:
STANDARD PREVIEW
Méthode au plastographe ou au plasticorder
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/68b7305-45a6-428e-b99e-865545471eb5/iso-4656-2-1991>
ISO 4656-2:1991
Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
dibutyl phthalate absorption number —
Part 2: Method using plastograph or plasticorder

P.1



Numéro de référence
ISO 4656-2:1991(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 4656-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4656-2:1981), dont elle constitue une révision technique.

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 1991

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 4656-2:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68bb8ee5-45a6-428e-b99e-865545471eb5/iso-4656-2-1991>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4656-2:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68bb8ee5-45a6-428e-b99e-865545471eb5/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

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4656 prescrit une méthode pour la 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 1 L'ISO 4656-1:1985, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle — Partie 1: Méthode à l'absorptiomètre*, prescrit une méthode basée sur l'emploi d'un absorptiomètre.

ISO 1126:1985, *Ingrédients de mélange du 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*.

ISO 4656-2:1993 Principe

Le phtalate de dibutyle est ajouté goutte à goutte 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 de 400 unités de couple ou 70 % de la valeur maximale de couple susceptible d'être atteinte, calculée à partir d'une courbe de couples.

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

4 Réactif

4.1 Phtalate de dibutyle, ρ_{25} 1,045 Mg/m³ à 1,050 Mg/m³.

5 Appareillage

5.1 Plastographe ou plasticorder¹⁾, constitué des éléments mentionnés de 5.1.1 et 5.1.4.

5.1.1 Chambre de mélangeage spéciale.

1) Plastographe et plasticorder sont des exemples d'appareils appropriés disponibles 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 des appareils ainsi désignés.

5.1.2 **Burette à débit constant**, débitant $4 \text{ cm}^3/\text{min}$.

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 $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ 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 carbone²⁾**, si cela s'avère nécessaire (voir 8.2, note 1).

5.6 **Spatule**.

6 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante de l'échantillon de noir de carbone durant 1 h, à 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'humidité relative, soit à $27 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et $(65 \pm 5) \%$ d'humidité relative.

Il est recommandé de maintenir le 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 Réglage et vérification du plastographe ou du plasticorder et de la burette à débit constant

Procéder comme décrit dans les annexes A et B.

8.2 Étalonnage du plastographe ou du plasticorder

Suivre le mode opératoire prescrit en 8.3 et 8.4, en utilisant les noirs de référence indiqués dans l'ISO 6809.

2) Un moulin à café convient pour cet usage.

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, 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 la prise d'essai.

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).

Les essais sur les noirs de référence doivent être faits périodiquement et, si cela 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
N 630, N 642 et série 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).

8.4.2 Faire démarrer le plasticorder (5.1) en même temps que l'enregistreur (5.1.4), puis le goutte à goutte du phtalate de dibutyle (4.1). L'écoulement du phtalate de dibutyle s'arrêtera automatiquement par induction au niveau du couple prédéterminé de 400 unités plastographe (intervalle total de mesure 0 à 1000 unités). Noter le volume de phtalate de dibutyle utilisé.

Pour les noirs de carbone des séries N 500 à N 700, les 400 unités plastographe correspondent en général à la valeur 70 % du niveau maximal de couple susceptible d'être atteint.

Pour les noirs de carbone des séries N 100 à N 400, les 400 unités plastographe correspondent seulement approximativement à la valeur 70 % du niveau maximal de couple susceptible d'être atteint. Par conséquent, calculer l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle sur la base du couple 70 % de la courbe de couples enregistrée.

Pour les noirs de carbone qui n'atteignent pas un niveau de couple plastographe/plasticorder de 400 unités, enregistrer la courbe de couples dans sa totalité sans arrêt automatique par induction et évaluer la quantité de phtalate de dibutyle absorbée sur la base du niveau de couple 70 %.

8.4.3 Démontez la chambre de mélangeage et nettoyez les rotors 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'appareil avant le démontage de la chambre, pendant que la burette (5.1.2) est en remplissage.

8.4.4 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 100 g, 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 8.4.2;

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:

- a) référence à la présente partie de l'ISO 4656;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) température de séchage utilisée;
- d) conditions d'essai;
- e) masse de la prise d'essai;
- f) résultats obtenus à partir de chacune des déterminations ainsi que leur moyenne.

Annexe A
(normative)

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 contrepoids 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 unités à 20 unités

Vitesse de déroulement du papier: 4 cm/min

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4656-2:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68bb8ee5-45a6-428e-b99e-865545471eb5/iso-4656-2-1991>

Annexe B (normative)

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

B.2.1 Phtalate de dibutyle, ρ_{25} 1,045 Mg/m³ à 1,050 Mg/m³.

B.3 Appareillage

B.3.1 Chronomètre.

B.3.2 Bêcher, de 150 cm³ de capacité.

B.3.3 Balance, précise à 0,01 g.

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 (B.2.1). 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 phta-

late 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 bêcher (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 écoulee. 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 écoulee à l'aide de l'équation

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

où

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

ρ est la masse volumique, en mégagrammes par mètre cube, du réactif.

B.6.2 Le fonctionnement de la burette est jugé satisfaisant si les prescriptions du tableau B.1 sont remplies.

Tableau B.1 — Prescriptions pour la burette

Durée min	Lecture du compteur	Volume de réactif écoulee 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