

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5435

Deuxième édition
1991-09-15

**Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir
de carbone — Détermination du pouvoir colorant**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
tinting strength*



Numéro de référence
ISO 5435:1991(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 5435 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5435:1981), dont elle constitue une révision technique.

© 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

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination du pouvoir colorant

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination du pouvoir colorant des noirs de carbone par rapport à un noir industriel de référence.

La méthode est fondée sur l'utilisation de trois instruments commerciaux différents. D'autres instruments peuvent être utilisés, mais ils doivent avoir des performances au moins équivalentes.

NOTE 1 Les références du fabricant de l'Erichsen Tint Tester sont données dans l'article correspondant de la présente Norme internationale. Le réflectomètre Densichron et le Meeco Colormaster ne sont plus disponibles commercialement, mais leurs méthodes d'utilisation sont incluses à l'usage des utilisateurs de ces instruments.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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.

ISO 471:1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

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.*

3 Principe

Un échantillon de noir de carbone est mélangé à de l'oxyde de zinc et à un plastifiant liquide. La pâte ainsi obtenue est broyée et homogénéisée, puis étalée en une couche d'épaisseur régulière. Sa réflectance lumineuse est mesurée à l'aide d'un réflectomètre sensible aux nuances de gris.

Un échantillon de noir industriel de référence est mélangé et sa réflectance lumineuse est mesurée selon la même méthode et, à l'aide des deux valeurs de réflectance lumineuse, le pouvoir colorant relatif de l'échantillon en essai est déterminé.

4 Réactifs

4.1 Huile de soja époxydée, en tant que plastifiant, de densité relative 0,92 à 0,99. Il est essentiel que l'huile de soja époxydée soit maintenue au-dessus de 20 °C pour éviter toute turbidité pouvant conduire à des résultats erronés.

4.2 Noir industriel de référence (ITRB)¹⁾.

4.3 Oxyde de zinc, par exemple oxyde de zinc industriel (ITZnO)²⁾.

D'autres oxydes de zinc peuvent être utilisés à condition qu'ils donnent les mêmes résultats.

1) ITRB est disponible chez Degussa Carbon Black Corporation, 1034 S. Broadway, Akron, Ohio 44311, USA.

2) ITZnO est disponible chez Titan Specialties Inc., SWY 152W, P.O. Box 2316, Pampa, Texas 79066-2316, USA.

4.4 Noirs de référence, conformes aux prescriptions de l'ISO 6809.

5 Appareillage

5.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5.2 Broyeur automatique.

5.3 Étuve, pouvant être maintenue à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ou $125\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.4 Couteaux à palette flexible, de préférence coniques, en acier inoxydable, de 100 mm à 150 mm de longueur.

5.5 Seringue, à remplissage automatique, précise à $0,02\text{ cm}^3$.

5.6 Appareil de mesure de la lumière, sensible aux variations de réflectance lumineuse dans les nuances de gris (voir mode opératoire approprié).

5.7 Appareillage pour étaler la pâte (voir mode opératoire approprié).

6 Conditions d'essai

Il convient d'effectuer l'essai, de préférence, en respectant les conditions de température et d'humidité prescrites dans l'ISO 471, c'est-à-dire à $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ avec une humidité relative de $(50 \pm 5)\%$, ou à $27\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ avec une humidité relative de $(65 \pm 5)\%$.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des pâtes

7.1.1 Sécher l'oxyde de zinc (4.3) et le noir de carbone conformément à l'ISO 1126. Ne sécher que la quantité nécessaire de noir industriel de référence (4.2), car le séchage ultérieur n'est pas recommandé.

7.1.2 Peser la quantité de noir de carbone nécessaire (voir 7.1.10 et 7.1.11) à 1 mg près (l'écrasement des granules ne peut être que bénéfique). Peser également $3,750\text{ g} \pm 1\text{ mg}$ d'oxyde de zinc.

7.1.3 À l'aide de la seringue (5.5), verser $2,2\text{ cm}^3$ de plastifiant (4.1) au centre de la plaque de verre inférieure du broyeur automatique (5.2).

7.1.4 Placer l'oxyde de zinc et le noir de carbone au centre de la plaque de plastifiant.

7.1.5 Mélanger intimement les trois ingrédients à l'aide d'un couteau à palette (5.4).

7.1.6 Régler la pression entre les plateaux du broyeur à $0,017\text{ MPa}$ (force de 445 N sur des plateaux de 18,4 cm de diamètre), en plaçant sur le bras l'une des masses supplémentaires fournies avec l'appareil. Fermer les plateaux et effectuer 25 révolutions.

7.1.7 Ouvrir les plateaux, racler avec un couteau à palette le plus de pâte possible sur le plateau supérieur et la déposer sur le plateau inférieur. Faire tourner le plateau inférieur et, à l'aide du couteau à palette, étaler la pâte circulairement, puis ramener toute la pâte vers le centre. Répéter cette opération deux fois supplémentaires.

7.1.8 Recommencer trois fois ces opérations, soit au total quatre fois 25 révolutions.

7.1.9 Enlever la pâte et la placer sur une surface propre et lisse. Les pâtes doivent être mesurées immédiatement (en aucun cas elles ne doivent être conservées plus de 24 h).

7.1.10 Pour l'étalonnage, préparer des pâtes en double en utilisant les masses de noir de carbone indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1

| Noir industriel de référence | Valeur de pouvoir colorant d'étalonnage |
|------------------------------|---|
| g | % |
| 0,090 | 90 unités |
| 0,100 | 100 unités |
| 0,110 | 110 unités |
| 0,120 | 120 unités |
| 0,130 | 130 unités |

7.1.11 Pour la détermination du pouvoir colorant d'échantillons, préparer des pâtes en double en utilisant

0,100 g pour la série des noirs N 100 à N 400;

0,200 g pour la série des noirs N 500 à N 700.

7.2 Modes opératoires individuels

Les modes opératoires sont donnés relativement en différents types d'instruments commercialisés (5.6).

D'autres appareils peuvent être utilisés à condition qu'ils aient des performances similaires.

Tous ces appareils doivent être utilisés conformément aux instructions du constructeur.

7.2.1 Mesurage utilisant l'appareil Erichsen Tint Tester

7.2.1.1 Appareillage

NOTE 2 Pour les détails communs, voir 5.1 à 5.5.

7.2.1.1.1 Erichsen Tint Tester³⁾, modèle 517 ou 527.

NOTE 3 Le modèle 527 a une tête conçue spécialement pour que la pâte ne touche pas la lentille.

7.2.1.1.2 Applicateur de film, avec jauge de 0,08 mm de profondeur pour pouvoir obtenir un film fluide de 0,04 mm d'épaisseur.

7.2.1.1.3 Plaque de verre, d'environ 750 mm × 500 mm × 10 mm.

7.2.1.2 Étalonnage

7.2.1.2.1 Mettre en marche l'appareil et le régler conformément aux instructions du constructeur. Nettoyer la plaque de verre (7.2.1.1.3) avec un chiffon de manière à éliminer tout film ou toutes particules de poussière restantes. À l'aide d'un couteau à palette propre (5.4), placer une portion de pâte mélangée correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant (7.1.10) à l'extrémité supérieure de la plaque de verre et l'étaler presque jusqu'en bas. En utilisant l'applicateur de film (7.2.1.1.2), étaler la pâte d'un bord à l'autre de la plaque en 2 s à 3 s.

7.2.1.2.2 Placer la tête du réflectomètre sur la pâte étalée. Ajuster le compteur pour lire 3,0 pour au minimum trois mesures faites à une distance minimale de 75 mm du bord supérieur du film.

7.2.1.2.3 Étaler la pâte doublon parallèlement à la première comme prescrit en 7.2.1.2.1 et, sans modifier les réglages, faire trois lectures sur la pâte doublon. Si les résultats sont variables, rassembler la pâte et tirer un nouveau film. Les pâtes sont acceptables si une lecture de $3,0 \pm 0,03$ est obtenue sur la pâte doublon.

NOTE 4 Il est avantageux d'avoir les deux films côte à côte.

7.2.1.2.4 Si les pâtes sont acceptables, les mélanger toutes les deux à l'aide du couteau à palette.

7.2.1.2.5 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte et déterminer sa réflectance selon le mode opératoire.

7.2.1.2.6 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas de plus de 0,03 unité.

7.2.1.2.7 Déterminer la réflectance des pâtes restantes (7.1.10) en effectuant au moins trois mesurages sur chacune d'elles.

7.2.1.2.8 Porter sur un graphique les valeurs moyennes obtenues en fonction des valeurs de pouvoir colorant d'étalonnage ou déterminer l'équation de régression.

NOTE 5 L'équation de régression n'est pas obligatoirement linéaire.

7.2.1.2.9 Vérifier périodiquement l'étalonnage et la normalisation de l'appareillage, des réactifs, matériaux et modes opératoires en utilisant les noirs de référence (4.4).

7.2.1.3 Détermination du pouvoir colorant d'un échantillon

7.2.1.3.1 Préparer en double les pâtes des valeurs d'étalonnage comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.10.

7.2.1.3.2 Préparer la pâte et régler l'appareil de lecture sur 3,0 comme prescrit de 7.2.1.2.1 à 7.2.1.2.6.

7.2.1.3.3 En utilisant la masse d'échantillon appropriée (voir 7.1.11), préparer des pâtes en double comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.9.

7.2.1.3.4 Déterminer la réflectance des pâtes contenant l'échantillon en effectuant trois mesurages sur chacune d'elles.

7.2.1.3.5 Déterminer le pouvoir colorant de l'échantillon en utilisant le graphique ou l'équation de régression déterminée en 7.2.1.2.8.

7.2.2 Mesurage utilisant le réflectomètre Densichron (méthodes avec applicateur de film ou rouleau lamineur)

7.2.2.1 Appareillage

NOTE 6 Pour les détails communs, voir 5.1 à 5.5.

7.2.2.1.1 Réflectomètre Densichron, pour la méthode par tirage de film.

7.2.2.1.2 Applicateur de film, avec jauge de 0,08 mm de profondeur pour pouvoir obtenir un film fluide de 0,04 mm d'épaisseur.

3) Erichsen Tint Tester est l'appellation commerciale d'un appareil distribué par Erichsen GmbH u. Co KG, 5870 Hemer-Sundwig, Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné. Des appareils équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

7.2.2.1.3 Plaque de verre, d'environ 750 mm × 500 mm × 10 mm.

7.2.2.1.4 Rouleau lamineur, pour la méthode désignée ainsi.

7.2.2.2 Étalonnage

7.2.2.2.1 Méthode par tirage de film

7.2.2.2.1.1 Nettoyer la plaque de verre (7.2.2.1.3) avec un chiffon de manière à éliminer tout film ou toutes particules de poussière restantes. À l'aide d'un couteau à palette propre (5.4), placer une portion de pâte mélangée correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant (7.1.10) à l'extrémité supérieure de la plaque de verre et l'étaler presque jusqu'en bas. En utilisant l'applicateur de film (7.2.2.1.2), étaler la pâte d'un bord à l'autre de la plaque en 2 s à 3 s.

7.2.2.2.1.2 Mettre le sélecteur en position 2 et utiliser la tête de lecture sans filtre.

Si la tête 3882 A est utilisée, employer une ouverture de 4,76 mm.

Placer la tête du réflectomètre sur la pâte étalée. Ajuster le compteur pour lire 80 % pour au minimum trois mesures faites à une distance minimale de 75 mm du bord supérieure du film. Si les résultats sont variables, rassembler la pâte et tirer un nouveau film.

7.2.2.2.1.3 Étaler la pâte doublon parallèlement à la première comme prescrit en 7.2.2.2.1.1 et, sans modifier les réglages, faire trois lectures sur la pâte doublon. Si les résultats sont variables, rassembler la pâte et tirer un nouveau film. Les pâtes sont acceptables si une lecture de $80 \pm 0,5$ est obtenue sur la pâte doublon.

NOTE 7 Il est avantageux d'avoir les deux films côte à côte.

7.2.2.2.1.4 Si les pâtes sont acceptables, les mélanger toutes les deux à l'aide du couteau à palette.

7.2.2.2.1.5 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte contenant 0,100 g de noir industriel de référence (4.2) et faire le mesurage selon le même mode opératoire.

7.2.2.2.1.6 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas de plus de 0,5 %.

7.2.2.2.1.7 Déterminer la réflectance des pâtes d'étalonnage restantes (7.1.10) en effectuant trois mesurages sur chacune d'elles.

7.2.2.2.2 Méthode du rouleau lamineur

7.2.2.2.2.1 À l'aide d'un couteau à palette propre (5.4), placer une portion de pâte mélangée correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant (7.1.10) sur le cylindre rotatif propre du rouleau lamineur (7.2.2.1.4). Amener le sélecteur de la position 0 à la position 2. À l'aide du bouton de réglage, ajuster la lecture sur 80 %. Remettre le sélecteur en position 0. Nettoyer soigneusement le cylindre et l'applicateur. Mettre une partie de la seconde pâte correspondant à 100 % sur le cylindre rotatif et tourner le sélecteur sur la position 2 sans modifier le réglage d'étalonnage.

7.2.2.2.2.2 Les pâtes sont acceptables si les valeurs lues sont de $80 \pm 0,5$.

7.2.2.2.2.3 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte contenant 0,100 g de noir industriel de référence (4.2) et faire le mesurage selon le même mode opératoire.

7.2.2.2.2.4 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas de plus de 0,5 %.

7.2.2.2.2.5 Déterminer la réflectance des pâtes d'étalonnage restantes (7.1.10).

7.2.2.2.2.6 Porter sur un graphique les valeurs moyennes obtenues en fonction des valeurs de pouvoir colorant d'étalonnage ou déterminer une équation linéaire de régression par la méthode des moindres carrés.

7.2.2.2.2.7 Vérifier périodiquement l'étalonnage et la normalisation de l'appareillage, des réactifs, matériaux et modes opératoires en utilisant les noirs de référence (4.4).

7.2.2.3 Détermination du pouvoir colorant d'un échantillon

7.2.2.3.1 Préparer en double les pâtes correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.10.

7.2.2.3.2 Préparer la pâte et régler l'appareil de lecture sur 80 % comme prescrit de 7.2.2.2.1.1 à 7.2.2.2.1.6 ou de 7.2.2.2.2.1 à 7.2.2.2.2.4.

7.2.2.3.3 En utilisant la masse d'échantillon appropriée (voir 7.1.11), préparer des pâtes en double comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.9.

7.2.2.3.4 Déterminer la réflectance des pâtes contenant l'échantillon en effectuant trois mesurages sur chacune d'elles.

7.2.2.3.5 Déterminer le pouvoir colorant de l'échantillon en utilisant le graphique ou l'équation de régression déterminée en 7.2.2.2.6.

7.2.3 Mesurage utilisant le Meeco Colormaster

7.2.3.1 Appareillage

NOTE 8 Pour les détails communs, voir 5.1 à 5.5.

7.2.3.1.1 Meeco Colormaster.

7.2.3.1.2 **Plaque de verre**, d'environ 750 mm × 500 mm × 10 mm.

7.2.3.1.3 **Lame de verre**, de 75 mm × 50 mm × (1,22 mm ± 0,05 mm).

7.2.3.1.4 **Baguette de verre**, d'environ 6,5 mm × 250 mm.

7.2.3.1.5 **Matériel de préparation des lames de verre** (voir figure 1).

7.2.3.2 Étalonnage

7.2.3.2.1 Nettoyer la lame de verre (7.2.3.1.3) à l'aide d'un chiffon de manière à éliminer tout film ou toutes particules de poussière restantes. À l'aide d'un couteau à palette propre (5.4), placer une portion de pâte mélangée correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant (7.1.10) le long du côté de la lame.

7.2.3.2.2 Placer la lame dans le dispositif de préparation avec la pâte du côté ouvert. Faire glisser la baguette de verre (7.2.3.1.4) du côté ouvert vers le côté fermé en répétant l'opération trois fois de manière à étaler la pâte uniformément.

NOTE 9 Il n'est pas nécessaire de couvrir toute la longueur de la lame. (La baguette de verre glissant sur les deux rubans adhésifs donne une épaisseur de film de 0,5 mm; voir figure 1.)

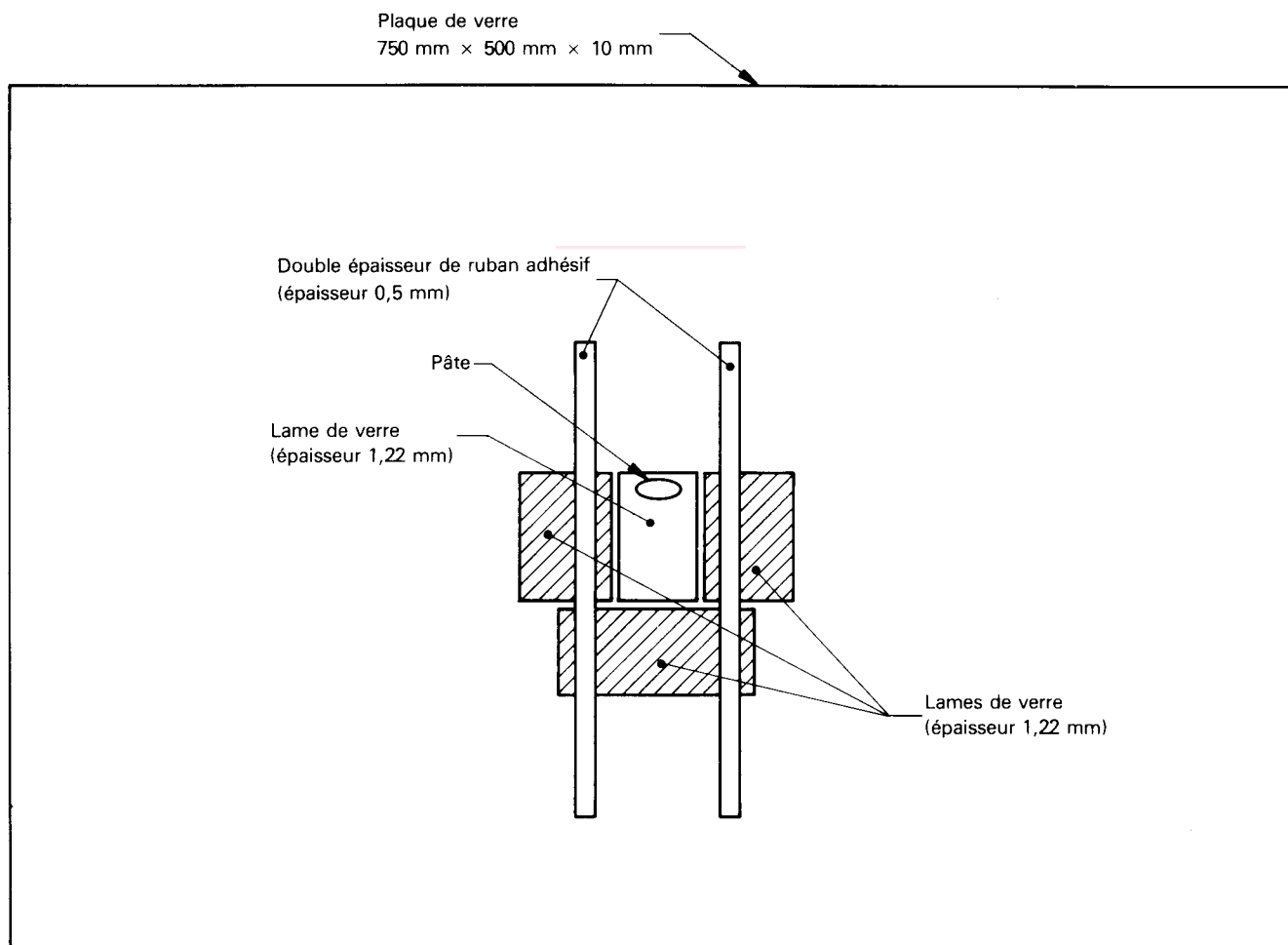


Figure 1 — Dispositif de préparation des lames échantillons

7.2.3.2.3 Utiliser le filtre vert uniquement. Placer la lame préparée (7.2.3.2.2) avec la pâte sur la face supérieure au centre de l'ouverture avant gauche de l'appareil et lire immédiatement la mesure de réflectance. Préparer une autre lame avec la pâte doublon comme prescrit en 7.2.3.2.1 et 7.2.3.2.2 et mesurer la réflectance sur cette lame. Les pâtes sont acceptables si elles ne diffèrent pas de $\pm 0,6$ %.

7.2.3.2.4 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte contenant 0,100 g de noir industriel de référence (4.2) et faire le mesurage selon le même mode opératoire.

7.2.3.2.5 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas de plus de 0,6 %.

7.2.3.2.6 Déterminer la réflectance des pâtes d'étalonnage restantes (7.1.10).

7.2.3.2.7 Porter sur un graphique les valeurs moyennes obtenues en fonction des valeurs de pouvoir colorant d'étalonnage ou déterminer une équation linéaire de régression par la méthode des moindres carrés.

7.2.3.2.8 Vérifier périodiquement l'étalonnage et la normalisation de l'appareillage, des réactifs, matériaux et modes opératoires en utilisant les noirs de référence (4.4).

7.2.3.3 Détermination du pouvoir colorant d'un échantillon

7.2.3.3.1 Préparer en double des pâtes correspondant à la valeur 100 % de pouvoir colorant comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.10 et faire le mesurage en utilisant le mode opératoire prescrit en 7.2.3.2.3.

7.2.3.3.2 En utilisant la masse d'échantillon appropriée (voir 7.1.11), préparer des pâtes en double comme prescrit de 7.1.1 à 7.1.9.

7.2.3.3.3 Déterminer la réflectance des pâtes contenant l'échantillon comme prescrit en 7.2.3.2.3 et déterminer le pouvoir colorant de l'échantillon en utilisant le graphique ou l'équation de régression déterminée en 7.2.3.2.6.

8 Expression des résultats

Exprimer le pouvoir colorant en pourcentage, à 0,1 % près.

NOTE 10 Seulement dans le cas où la corrélation graphique est une ligne droite ou si la droite de régression et la méthode des moindres carrés donnent des valeurs inférieures de 0,8 unité aux valeurs d'étalonnage, l'équation suivante peut être utilisée:

$$T = \frac{R}{S} \times 100$$

où

T est le pourcentage du pouvoir colorant;

R est la réflectance de la pâte correspondant à 100 % de pouvoir colorant d'étalonnage;

S est la réflectance de l'échantillon.

Pour les noirs de carbone des séries N 500, N 600 et N 700 pour lesquels il faut prendre 0,2 g d'échantillon, il faut diviser le résultat par 2. Néanmoins, si une équation statistique est utilisée pour corriger les valeurs de pouvoir colorant, les valeurs doivent être ajustées au préalable avant de faire la division par 2 des noirs des séries N 500, N 600 et N 700.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification de l'échantillon;
- c) identification du noir de référence primaire s'il ne s'agit pas du noir ITRB;
- d) température utilisée pour sécher le noir de carbone et l'oxyde de zinc;
- e) appareil de réflectance utilisé;
- f) méthode de préparation de la pâte pour le mesurage;
- g) résultats des essais répétés;
- h) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5435:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fabfc38e-7dae-4b0a-85a0-31cf6242ac18/iso-5435-1991>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5435:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fabfc38e-7dae-4b0a-85a0-31cf6242ac18/iso-5435-1991>