
Norme internationale



6209

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

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination des matières extractibles par les solvants

Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of solvent extractable material

Deuxième édition — 1983-09-01

CDU 678.046.2 : 543.8

Réf. n° : ISO 6209-1983 (F)

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

Prix basé sur 3 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 6209 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

La première édition (ISO 6209-1981) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

| | | |
|-------------------------|----------------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | France | Roumanie |
| Allemagne, R. F. | Grèce | Royaume-Uni |
| Autriche | Hongrie | Sri Lanka |
| Belgique | Inde | Suède |
| Canada | Italie | Suisse |
| Chine | Jamahiriyah arabe libyenne | Tchécoslovaquie |
| Corée, Rép. de | Malaisie | Thaïlande |
| Danemark | Mexique | Turquie |
| Égypte, Rép. arabe d' | Nouvelle-Zélande | URSS |
| Espagne | Pologne | USA |

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 6209-1981, incorpore le projet d'Amendement 1, qui a été soumis aux comités membres en janvier 1982 et qui a été approuvé par les comités membres des pays suivants :

| | | |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Espagne | Roumanie |
| Allemagne, R. F. | France | Royaume-Uni |
| Autriche | Hongrie | Sri Lanka |
| Belgique | Inde | Suède |
| Brésil | Irlande | Tchécoslovaquie |
| Bulgarie | Italie | Thaïlande |
| Canada | Malaisie | Turquie |
| Chine | Mexique | URSS |
| Corée, Rép. de | Nouvelle-Zélande | USA |
| Égypte, Rép. arabe d' | Portugal | |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination des matières extractibles par les solvants

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative des matières extractibles, par les solvants, du noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc. La méthode s'applique à tous les types de noir de carbone.

2 Références

ISO 383, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables.*

ISO 1124, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Échantillonnage de chargements en vrac ou en conteneurs rigides ou souples.*

ISO 1310, *Noir de carbone livré en sacs pour l'industrie des élastomères — Échantillonnage.*

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai par un solvant durant 16 h. Élimination du solvant par évaporation, puis pesée de l'extrait obtenu.

NOTE — Si le noir de carbone contient des matières extractibles qui sont volatiles à la température nécessaire pour chasser le solvant de l'extrait, ou qui sont perdues au stade de séchage préliminaire, elles ne pourront pas être détectées par le mode opératoire spécifié.

4 Réactifs

ATTENTION — Toutes les précautions d'hygiène et de sécurité reconnues doivent être prises pour la mise en application du mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale.

Les noirs de carbone peuvent contenir des traces de composés aromatiques à plusieurs noyaux, dont certains sont des cancérigènes connus. Si tel est le cas, ces composés sont si fortement liés au noir de carbone qu'ils sont biologiquement inactifs, mais ils peuvent être éliminés par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme interna-

tionale. Un soin tout particulier doit être pris pour éviter le contact avec la peau des extraits par solvant provenant de ces noirs de carbone.

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Acétone.

4.2 Toluène.

5 Appareillage¹⁾

5.1 Appareil extracteur.

Deux types d'appareils extracteurs conviennent :

5.1.1 L'appareil extracteur de type 1 est constitué d'un flacon récepteur de 150 cm³, d'un extracteur de Soxhlet calorifugé et d'un réfrigérant, tel que représenté à la figure 1. La nacelle d'extraction a une capacité de 15 à 30 cm³.

5.1.2 L'appareil extracteur de type 2 est constitué d'un flacon récepteur de 500 cm³, d'un réfrigérant et d'une nacelle d'extraction, attachée aux deux crochets situés sur le réfrigérant par des fils métalliques propres, tel que représenté à la figure 1. La nacelle d'extraction a une capacité de 15 à 30 cm³.

5.2 Cartouches d'extraction, de 15 à 30 cm³ de capacité, de porosité assez fine pour retenir le noir de carbone. Elles peuvent être faites en papier sans graisse, en cellulose ou en alun-dum et doivent être de taille appropriée à la nacelle d'extraction. Les cartouches doivent être extraites par le solvant et séchées avant utilisation.

5.3 Colonne de distillation et réfrigérant.

5.4 Étuve ventilée, pouvant être réglée à une température de 70 ± 2 °C pour le séchage de l'extrait et de 125 ± 2 °C pour le séchage du noir de carbone avant l'extraction.

1) Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour désigner le centimètre cube (cm³), selon une décision de la 12^e Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est accepté, généralement, dans les Normes internationales lorsqu'il s'agit de capacités de verrerie de laboratoire et de volumes de liquides. Un appareillage avec l'un ou l'autre type de marquage peut être utilisé d'une manière satisfaisante dans le cadre de la présente Norme internationale.

5.5 Ouate, sans graisse, ou **laine de verre**, lavée au solvant et séchée.

5.6 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5.7 Dispositif chauffant, convenant pour l'appareil extracteur (5.1).

5.8 Dessiccateur.

6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage selon l'ISO 1124 ou l'ISO 1310, suivant le cas.

Écraser tous les noirs de carbone pour en détruire la structure en granulés avant séchage.

Sécher environ 20 g de noir de carbone durant 1 h à 125 ± 2 °C. Laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur avant de procéder à la détermination. Conserver l'échantillon séché dans un dessiccateur.

Prélever deux prises d'essai sur cet échantillon séché.

7 Mode opératoire

7.1 Prélever une prise d'essai d'environ 5 g de l'échantillon préparé, la placer dans une cartouche (5.2) tarée, puis peser de nouveau à 0,1 mg près pour obtenir la masse de noir de carbone. Boucher l'ouverture avec de la ouate ou de la laine de verre (5.5).

7.2 Peser le flacon récepteur (voir 5.1), propre et sec, à 0,1 mg près, puis y verser 100 cm³ du solvant (4.1 ou 4.2).

7.3 Mettre la cartouche d'extraction contenant la prise d'essai dans la nacelle d'extraction, assembler l'appareil (5.1) et ajuster la vitesse de chauffage du dispositif chauffant (5.7), de manière que le solvant distillé remplisse la nacelle d'extraction environ 10 fois par heure.

Effectuer l'extraction durant 16 à 16,5 h. (Par commodité, l'extraction est ordinairement effectuée pendant la nuit.)

7.4 Arrêter le chauffage, laisser refroidir l'appareil, puis retirer la nacelle d'extraction et jeter la cartouche.

7.5 Retirer le flacon récepteur, placer la colonne de distillation et le réfrigérant (5.3) et chasser par distillation la majeure partie du solvant dans un récipient approprié, en ne gardant pas plus de 5 cm³ dans le flacon récepteur.

Jeter le solvant distillé.

7.6 Laisser refroidir l'appareil, puis séparer le flacon récepteur qui désormais contient l'extrait concentré. Éliminer la majeure partie du solvant résiduel en faisant passer un léger courant d'air chaud, propre et sec, dans le flacon.

7.7 Sécher le flacon et son contenu durant 2 h à 70 ± 2 °C dans l'étuve (5.4), laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur (5.8) et peser à 0,1 mg près.

7.8 Faire un essai à blanc, en utilisant la même quantité de solvant et le même type d'appareil extracteur que ceux utilisés pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

7.9 Effectuer deux déterminations.

8 Expression des résultats

L'extrait par les solvants, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{(m_2 - m_1) - m_3}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du noir de carbone;

m_1 est la masse, en grammes, du flacon récepteur vide;

m_2 est la masse, en grammes, du flacon récepteur avec l'extrait, après séchage;

m_3 est l'augmentation de masse, en grammes, du flacon récepteur dans l'essai à blanc.

9 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification de l'échantillon;
- c) type d'appareil extracteur utilisé;
- d) solvant utilisé;
- e) résultats obtenus lors de chaque détermination;
- f) moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations (7.9).

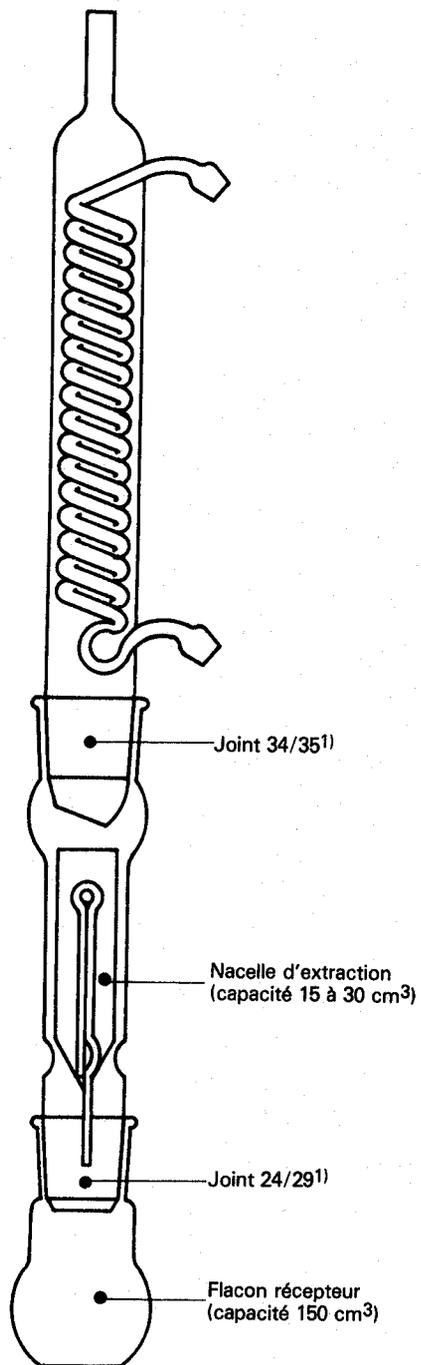


Figure 1 — Appareil extracteur de type 1

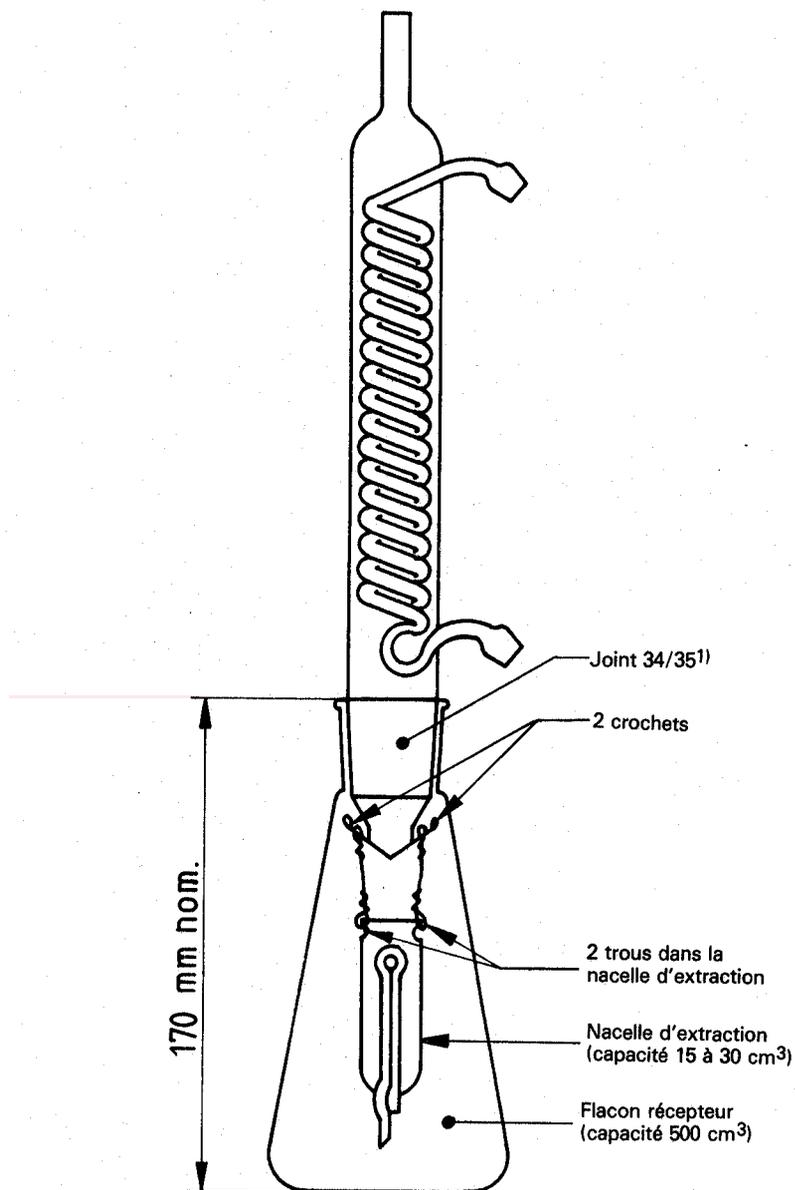


Figure 2 — Appareil extracteur de type 2

1) Voir ISO 383.