

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6894

Deuxième édition
1991-04-15

**Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir
de carbone — Préparation d'échantillons pour
détermination de l'indice d'absorption de
phtalate de dibutyle (échantillon comprimé)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Preparation of
samples for determination of dibutylphthalate absorption number*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sic/5159c43d-1968-4b8a-8ec4-af89401806c7/iso-6894-1991>



Numéro de référence
ISO 6894:1991(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 6894 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 6894:1984), dont les paragraphes 7.1.5, 7.1.8 et 7.2.3 ont fait l'objet d'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 — Préparation d'échantillons pour détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle (échantillon comprimé)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des modes de préparation d'échantillons en vue de la détermination de l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle sur des échantillons comprimés de noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

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 1126:1985, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur.*

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.*

ISO 4656-2:1981, *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.*

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

3 Principe

Une quantité donnée de noir de carbone séché est comprimée quatre fois sous une pression de 165 MPa, puis l'indice d'absorption de phtalate de dibutyle est déterminée sur une prise d'essai d'échantillon comprimé, conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4656-1 ou l'ISO 4656-2.

4 Appareillage

4.1 **Balance** précise à 0,01 g.

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

4.3 **Cylindre et piston de compression** (type A ou B).

Pour leurs caractéristiques essentielles, voir figure 1 et figure 2.

4.4 **Presse hydraulique**, actionnée électriquement et ayant une puissance suffisante pour forcer le piston dans le cylindre pendant la compression de l'échantillon à une vitesse de 4,2 mm/s et atteindre une pression finale de 165 MPa.

4.5 **Spatule.**

4.6 **Bécher en acier.**

4.7 **Pinceau**, composé de soies rigides de 38 mm.

4.8 **Dessiccateur.**

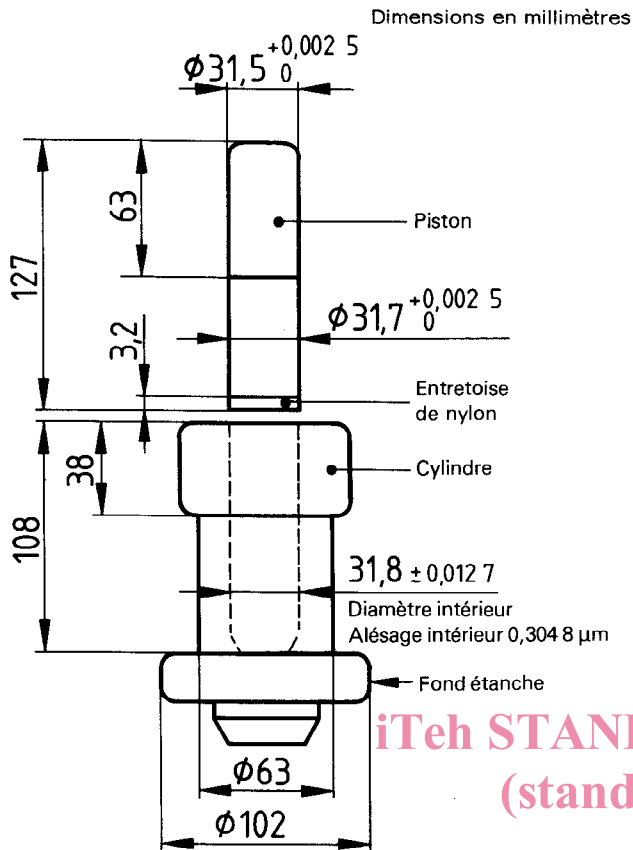


Figure 1 — Caractéristiques essentielles des cylindres et piston de compression du type A

5 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante de l'échantillon de noir de carbone durant 1 h dans l'étuve (4.2) réglée à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ou $125\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Laisser refroidir dans le dessiccateur (4.8) jusqu'à température ambiante.

6 Conditions d'essai

L'essai doit être réalisé de préférence dans les conditions ambiantes, c'est-à-dire 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.

1) ENERPAC RC256 et RR308 sont des exemples de cylindres appropriés disponibles sur le marché. 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 des cylindres ainsi désignés.

7 Modes opératoires

7.1 Mode opératoire utilisant l'appareillage du type A (figure 1)

7.1.1 Mettre en place le fond étanche et le cylindre de compression (4.3) dans leur position normale sur la presse hydraulique (4.4). Manœuvrer le fond étanche dans son logement pour s'assurer que sa position est correcte. Faire tourner le cylindre pour vérifier qu'il s'ajuste sur le fond étanche.

7.1.2 Peser $25\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ de l'échantillon sec (article 5).

7.1.3 Verser l'échantillon dans le cylindre de compression.

7.1.4 Placer le piston dans le cylindre de manière que l'entretoise de nylon soit tournée vers le noir de carbone. Faire tourner le piston légèrement en le pressant à la main aussi loin que possible dans le cylindre.

7.1.5 Ajuster l'alignement du piston, du cylindre et du plongeur transmettant la pression de manière à maintenir la liberté de mouvement.

7.1.6 Comprimer le noir de carbone à 165 MPa. S'assurer que la pression finale est atteinte, la maintenir durant 1 s puis relâcher.

NOTE 1 — Le niveau de la jauge de pression d'huile dépend du diamètre intérieur du cylindre et de l'aire de l'extrémité du plongeur. Ainsi, pour comprimer le noir de carbone à 165 MPa ($24\,000\text{ lbf/in}^2$), la pression d'huile nécessaire est de $5\,710\text{ lbf/in}^2$ avec le cylindre ENERPAC¹⁾ à simple action RC256 et, avec celui à double action RR308, elle est de $4\,357\text{ lbf/in}^2$, donnant finalement 131 kN ($29\,450\text{ lbf}$) sur le piston de $7,916\text{ cm}^2$ ($1,227\text{ in}^2$).

7.1.7 Remonter le plongeur suffisamment pour enlever le fond étanche. Faire redescendre ensuite le plongeur pour entraîner le piston et l'échantillon à travers le cylindre jusque dans le béc en acier (4.6).

7.1.8 Essuyer le cylindre, le piston et le fond étanche pour éliminer toute trace de noir de carbone et de poussière, puis replacer le fond étanche et le cylindre sur la presse hydraulique comme décrit en 7.1.1.

7.1.9 À l'aide de la spatule (4.5), briser l'échantillon de manière que le plus gros agglomérat soit inférieur à 0,25 cm. S'assurer qu'il n'y a aucune perte de noir de carbone pendant cette opération.

Dimensions en millimètres

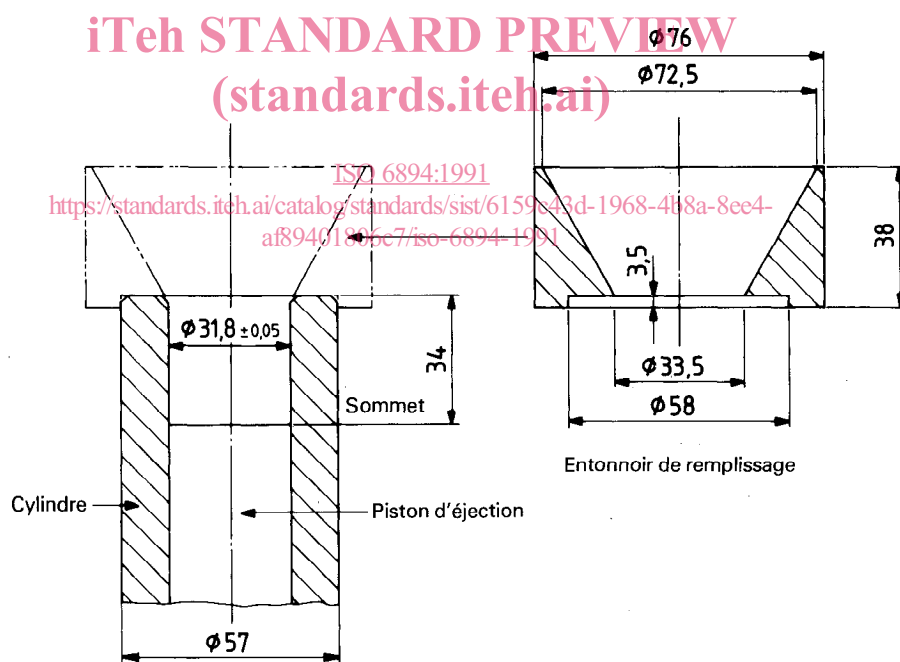
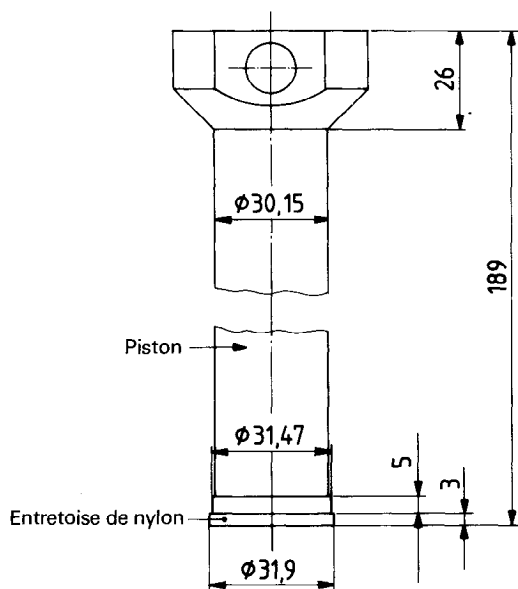


Figure 2 — Caractéristiques essentielles des cylindre et piston de compression du type B

7.1.10 Répéter les opérations 7.1.4 à 7.1.9 en comprimant l'échantillon quatre fois au total. Recueillir l'échantillon après la quatrième compression.

Si l'échantillon comprimé ne doit pas être utilisé dans les 15 min qui suivent la compression, le conserver dans le dessiccateur (4.8) ou le sécher à nouveau durant 1 h à 105 °C ou 125 °C comme prescrit dans l'article 5, avant essai.

7.1.11 Peser, à 0,01 g près, $20 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$ de l'échantillon comprimé (tous grades confondus) et déterminer son indice d'absorption de phtalate de dibutyle conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4656-1 ou l'ISO 4656-2.

Les valeurs d'indice d'absorption de phtalate de dibutyle d'échantillons comprimés des noirs de carbone de référence sont données dans l'ISO 6809.

Il est important de s'assurer que les valeurs obtenues sur un noir de carbone de référence soient proches des résultats de l'échantillon afin de rester dans une gamme de valeurs connues.

7.2 Mode opératoire utilisant l'appareillage du type B (figure 2)

7.2.1 Peser $25 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de l'échantillon sec (article 5).

7.2.2 Verser l'échantillon dans le cylindre de compression.

7.2.3 Comprimer le noir de carbone à 165 MPa à l'aide du piston en imprimant un mouvement vers le bas à la vanne située à droite. Presser jusqu'à ce que le manomètre situé au-dessus de l'appareil atteigne 103 MPa (15 000 lbf/in²) puis relâcher immédiatement.

NOTE 2 Le niveau de la jauge de pression d'huile dépend du diamètre intérieur du cylindre et de l'aire de la section transversale du piston. Pour cet appareil, 103 MPa (15 000 lbf/in²) sur la jauge exercent 165 MPa sur le piston.

7.2.4 Relever le piston en manœuvrant la vanne vers le haut et continuer jusqu'à ce qu'il soit environ à 4 cm au-dessus du cylindre, c'est-à-dire au niveau du col conique.

7.2.5 Relever le cylindre en manœuvrant vers le haut la vanne située à gauche. Continuer jusqu'à ce que l'échantillon comprimé soit chassé du cylindre et émietté par le contact du piston relevé. L'échantillon doit tomber dans le col conique.

7.2.6 À l'aide de la spatule, briser l'échantillon de manière que le plus gros agglomérat soit inférieur à 0,25 cm. S'assurer qu'il n'y a aucune perte de noir de carbone pendant cette opération.

7.2.7 Baisser le piston et faire tomber l'échantillon dans le cylindre. Si nécessaire, passer le pinceau (4.7) à l'intérieur du col pour remettre tout le noir dans le cylindre.

7.2.8 Répéter les opérations 7.2.3 à 7.2.7 deux fois supplémentaires.

7.2.9 Enlever le col et répéter l'opération 7.2.3 encore une fois.

7.2.10 Relever le piston à sa position maximale à l'aide de la vanne située à droite.

7.2.11 À l'aide de la vanne située à gauche, pousser l'échantillon hors du cylindre.

7.2.12 Ramener le piston à sa position basse en utilisant la vanne située à gauche.

7.2.13 Transférer l'échantillon dans le bécher en acier et, à l'aide de la spatule, le briser en agglomérats de dimensions inférieures à 0,25 cm.

Si l'échantillon comprimé ne doit pas être utilisé dans les 15 min qui suivent la compression, le conserver dans le dessiccateur (4.8) ou le sécher à nouveau durant 1 h à 105 °C ou 125 °C comme prescrit dans l'article 5, avant essai.

7.2.14 Peser, à 0,01 g près, $20 \text{ g} \pm 0,02 \text{ g}$ de l'échantillon comprimé (tous grades confondus) et déterminer son indice d'absorption de phtalate de dibutyle conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 4656-1 ou l'ISO 4656-2.

Les valeurs d'indice d'absorption de phtalate de dibutyle d'échantillons comprimés des noirs de carbone de référence sont données dans l'ISO 6809.

Il est important de s'assurer que les valeurs obtenues sur un noir de carbone de référence soient proches des résultats de l'échantillon afin de rester dans une gamme de valeurs connues.

8 Expression des résultats

Exprimer les résultats comme prescrit dans l'ISO 4656-1 ou l'ISO 4656-2.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;

- c) conditions d'essai, y compris température de séchage;
- e) résultats d'essai comme prescrit dans l'ISO 4656-1 ou l'ISO 4656-2, selon le cas.
- d) masse exacte de la prise d'essai;
-

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6894:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6159c43d-1968-4b8a-8ee4-af89401806c7/iso-6894-1991>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6894:1991](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6159c43d-1968-4b8a-8ee4-af89401806c7/iso-6894-1991>

CDU 678.046.2:620.115

Descripteurs: caoutchouc, ingrédient, noir de carbone, essai, détermination, indice d'absorption, phtalate de dibutyle, spécimen d'essai, préparation de spécimen d'essai.

Prix basé sur 4 pages
