
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Noir de carbone — Détermination du taux
de cendres**

Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of ash

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1125:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>



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 1125 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1125:1990), dont elle consiste une révision technique.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination du taux de cendres

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination du taux de cendres de tous les types de noirs de carbone destinés à l'industrie du caoutchouc.

2 Références normatives

[ISO 1125:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>

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 1124:1988, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Procédures d'échantillonnage sur des livraisons de noir de carbone*.

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées*.

3 Principe

Une prise d'essai prélevée d'un échantillon séché est incinérée jusqu'à oxydation complète de toute matière carbonée. Le creuset est mis à refroidir dans un dessiccateur et pesé. Le pourcentage de cendres est alors calculé.

4 Appareillage

4.1 Four à moufle, réglable à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

NOTE L'emploi d'un four à événement diminuerait le temps de chauffage jusqu'à masse constante (voir 6.3).

4.2 Creuset en porcelaine, forme haute, de 35 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur, muni d'un couvercle.

L'emploi du couvercle sur le creuset est facultatif. S'il n'est pas utilisé, ce fait doit être consigné dans le rapport d'essai.

4.3 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

4.4 Dessiccateur.

4.5 Étuve, de préférence du type à convection par gravité, réglable à $125\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ et de température uniforme à $\pm 5\text{ °C}$.

5 Échantillonnage

Échantillonner le noir de carbone conformément à l'ISO 1124.

6 Mode opératoire

6.1 Chauffer le creuset (4.2) et son couvercle (s'il est utilisé) durant 1 h dans le four à moufle (4.1) réglé à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. Retirer le creuset (et son couvercle) du four, transférer dans le dessiccateur (4.4) et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Peser le creuset (et son couvercle) à 0,1 mg près.

NOTE Si, après nettoyage, séchage et nouvelle pesée à la fin de la détermination (voir 6.4), le creuset est stocké en dessiccateur, l'étape qui vient d'être décrite est inutile; elle ne s'applique que pour des creusets neufs.

6.2 Sécher une quantité de noir de carbone légèrement supérieure à 2 g ou 5 g de noir de carbone thermique durant 1 h dans l'étuve (4.5) réglée à 125 °C . Retirer de l'étuve et laisser refroidir à température ambiante.

6.3 Peser, à 0,1 mg près, environ 2 g de noir de carbone sec ou 5 g de noir de carbone thermique dans le creuset taré en 6.1. Introduire le creuset non couvert contenant la prise d'essai dans le four à moufle réglé à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, et laisser séjourner pendant la durée nécessaire pour atteindre une masse constante. Couvrir le creuset (si le couvercle est utilisé), retirer du four, placer dans le dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Peser à 0,1 mg près. Pour éviter des manipulations répétées du creuset, une durée d'incinération adéquate doit être établie à chaque site d'essai.

IMPORTANT — Prendre les précautions suivantes:

- a) **laisser la porte du four entrouverte d'environ 0,5 cm afin d'admettre l'air nécessaire à l'entretien de la combustion des matières organiques;**
- b) **après avoir laissé refroidir la prise d'essai dans le dessiccateur, laisser entrer l'air lentement afin d'éviter toute perte de cendres hors du creuset due à des courants d'air.**

Après accord entre les parties concernées, il est admis d'utiliser une autre température d'incinération, telle que $750\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ ou $825\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ (les paragraphes 4.1, 6.1 et 6.3 seraient à adapter en conséquence). Cependant, une telle température conduit à des taux de cendres plus bas que ceux obtenus à 550 °C et elle ne doit pas être utilisée comme température de référence.

6.4 Nettoyer, sécher dans l'étuve (4.5) réglée à 125 °C , laisser refroidir à température ambiante et repeser le creuset (et son couvercle) à 0,1 mg près.

7 Expression des résultats

Le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, est donné par l'équation

$$\text{Cendres \%} = \frac{m_2 - m_3}{m_1 - m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du creuset (muni de son couvercle) avant l'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset (muni de son couvercle) et contenant la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset (muni de son couvercle) et contenant les cendres;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset (muni de son couvercle) après l'essai (elle devrait être égale à m_0).

8 Fidélité et biais

8.1 La fidélité de la méthode a été déterminée conformément à l'ISO/TR 9272. Se référer à ce Rapport technique pour tout ce qui concerne la terminologie et autres détails de statistique.

8.2 Les données relatives à la fidélité indiquées dans le Tableau 1 ne sont qu'une estimation de la fidélité. Les paramètres de fidélité ne doivent donc pas être utilisés dans un but d'acceptation ou de refus d'un groupe de produits sans s'être assuré de leur applicabilité à ces produits particuliers et du suivi du mode opératoire qu'implique cette méthode.

8.3 Un programme d'essais interlaboratoires de fidélité de type 1 a été conduit. Les deux paramètres répétabilité et reproductibilité sont représentatifs de conditions de mesure à court terme. Dix laboratoires ont fait des mesures en double sur cinq noirs de carbone (A, B, C, D et E) au cours de deux jours différents. De ce fait, $p = 10$, $q = 5$ et $n = 4$.

Les valeurs de différence acceptable n'ont pas été mesurées.

8.4 Les résultats des calculs de fidélité sont rassemblés dans le Tableau 1, les produits étant présentés par ordre croissant des valeurs moyennes.

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1125:1999
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>
Tableau 1 — Données de fidélité

Produit	Moyenne %	Intralaboratoire			Interlaboratoire		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
Noir A	0,17	0,016	0,045	25,497	0,021	0,060	35,188
Noir E	0,35	0,020	0,057	16,121	0,037	0,014	29,663
Noir B	0,45	0,030	0,085	18,919	0,043	0,122	27,067
Noir C	0,61	0,027	0,076	12,483	0,037	0,106	17,445
Noir D	0,83	0,016	0,045	5,620	0,023	0,066	7,961
Valeurs mises en commun ou moyennes	0,48	0,02	0,06	13,25	0,03	0,09	19,63

Les symboles du Tableau 1 ont les significations suivantes:

s_r est l'écart-type intralaboratoire;

r est la répétabilité (en unités de mesure);

(r) est la répétabilité (en pourcentage);

s_R est l'écart-type interlaboratoire;

R est la reproductibilité (en unités de mesure);

(R) est la reproductibilité (en pourcentage).

8.5 La fidélité des moyennes statistiques du taux de cendres peut s'exprimer comme suit:

8.5.1 Répétabilité: La répétabilité r du résultat a été estimée à 0,06 % de cendres. Deux essais (ou déterminations) individuel(le)s dont les résultats diffèrent de plus de 0,06 % absolu sont à considérer comme douteux et requièrent une investigation appropriée.

8.5.2 Reproductibilité: La reproductibilité R du résultat a été estimée à 0,09 % de cendres. Deux essais (ou déterminations) individuel(le)s dont les résultats fournis par divers laboratoires diffèrent de plus de 0,09 % absolu sont à considérer comme douteux et requièrent une investigation appropriée.

8.6 Dans la terminologie des méthodes de mesures, le **biais** est la différence entre une valeur moyenne de mesures et la valeur de référence (vraie) de la propriété à mesurer. Il n'existe pas de valeurs de référence pour cette méthode, du fait que la valeur de la propriété à mesurer ne peut se définir que par la méthode d'essai elle-même. Il est par conséquent impossible de déterminer le biais.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou de toute opération facultative, telle que la température d'incinération si elle diffère de celle spécifiée ou l'omission du couvercle du creuset;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1125:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1125:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0357b4f5-16ae-4225-ac06-9830b0217308/iso-1125-1999>