

45

Norme internationale



3858/2

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

**Noir de carbone pour l'industrie des élastomères —  
Détermination de la transmittance lumineuse de l'extrait  
toluénique —  
Partie 2 : Méthode d'évaluation du produit**

*Carbon black for use in the rubber industry — Determination of light transmittance of toluene extract — Part 2 : Method for product evaluation*

Première édition — 1982-12-01

CDU 678.046.2 : 535.243

Réf. n° : ISO 3858/2-1982 (F)

Descripteurs : industrie des élastomères, noir de carbone, essai physique, toluène, détermination, facteur de transmission.

## 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 3858/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne, R. F.	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Sri Lanka
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Malaisie	Thaïlande
Chine	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	URSS
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	
Danemark	Pologne	

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

USA

# Noir de carbone pour l'industrie des élastomères — Détermination de la transmittance lumineuse de l'extrait toluénique — Partie 2 : Méthode d'évaluation du produit

## 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3858 spécifie une méthode de détermination de la transmittance lumineuse de l'extrait toluénique du noir de carbone pour l'industrie des élastomères comme moyen de mesure de la coloration provoquée par les matières extraites, mesure nécessaire pour l'évaluation du produit.

Une méthode rapide de détermination de la transmittance lumineuse de l'extrait toluénique du noir de carbone est spécifiée dans l'ISO 3858/1<sup>1)</sup> et est particulièrement utile pour le contrôle de qualité du produit.

Le degré de décoloration du toluène est mesuré quantitativement au moyen d'un spectrophotomètre.

La présente méthode n'est pas applicable aux noirs de carbone du type thermique qui ont un extrait toluénique élevé.

## 2 Références

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

ISO 1126, *Noir de carbone pour l'industrie des élastomères — Détermination de la perte à la chaleur.*

## 3 Principe

Séchage du noir de carbone et pesée d'une prise d'essai. Mélangeage avec un certain volume de toluène à la température ambiante. Filtration du mélange formé et transvasement du filtrat dans une cuve d'absorption. Mesurage de la transmittance lumineuse du filtrat par rapport au toluène pur, à l'aide d'un spectrophotomètre réglé à une longueur d'onde sélectionnée.

## 4 Réactif

### 4.1 Toluène, de qualité pour spectrographie.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Balance analytique, précise à 0,01 g ou mieux.

### 5.2 Étuve, permettant de maintenir une température de $105 \pm 2$ °C.

### 5.3 Spectrophotomètre, permettant d'effectuer des mesurages de transmittance lumineuse à 425 nm par lecture directe.

Le spectrophotomètre doit être du type à prisme ou réseau de haute résolution éliminant l'emploi d'un filtre optique. La bande passante doit être dans les limites de  $\pm 10$  nm.

On doit insérer un stabilisateur de tension dans le circuit d'alimentation si l'on sait que la tension peut varier de plus de 4 V.

NOTE — Les modèles courants de colorimètres peuvent différer par la largeur de la bande passante et donner ainsi des résultats différents de transmittance lumineuse. Les résultats obtenus avec de tels appareils peuvent être rendus plus comparables si on étalonne ces appareils par rapport à un spectrophotomètre de haute résolution, ayant par exemple une bande passante de largeur inférieure à 2 nm pour une longueur d'onde moyenne de 425 nm, et si les lectures sont corrigées en utilisant la courbe d'étalonnage de chaque instrument établie pour toute la gamme utile de transmittance lumineuse.

### 5.4 Cuves d'absorption, à faces parallèles planes, polies à 10 nm près.

La distance intérieure entre les faces parallèles doit être de  $10,00 \pm 0,05$  mm (voir notes 1 et 2).

## NOTES

1 Les cuves cylindriques de  $10,00 \pm 0,05$  mm de diamètre intérieur peuvent donner des résultats différents par rapport aux cuves parallélépipédiques. Si on les utilise, il est recommandé de les étalonner par rapport à une cuve parallélépipédique pour toute la gamme utile de transmittance lumineuse et de corriger les résultats d'après la courbe d'étalonnage.

1) Actuellement ISO 3858-1977.

2 Si la longueur intérieure du faisceau lumineux à travers la cuve n'est pas égale à 10 mm, l'expression suivante permet de calculer la transmittance lumineuse ramenée à celle que l'on obtient avec la cuve de 10 mm :

$$\log_{10} T_0 = \frac{10}{L} \times \log_{10} T - \frac{20}{L} + 2$$

où

$T_0$  est le pourcentage de la transmittance lumineuse à travers une cuve de 10 mm;

$T$  est le pourcentage de la transmittance lumineuse à travers une cuve de  $L$  mm;

$L$  est la longueur, en millimètres, du faisceau lumineux à travers la cuve utilisée.

3 Les cuves d'absorption peuvent différer par leur transmittance lumineuse. Il est recommandé d'utiliser la même cuve d'absorption pour le réglage du spectrophotomètre.

**5.5 Fioles coniques**, de capacité 100 ou 125 cm<sup>3</sup>,\* munies de bouchons rodés en verre.

**5.6 Éprouvette graduée**, de capacité 50 cm<sup>3</sup>, graduée en 1 cm<sup>3</sup>.

**5.7 Pulvérisateur** : mortier et pilon, malaxeur à lame à rotation rapide ou appareil équivalent.

**5.8 Entonnoirs de filtration**, de 75 mm de diamètre intérieur au sommet, en verre de chimie.

**5.9 Papier filtre**, de 150 mm de diamètre, exempt de matières extractibles par le toluène et capable de retenir tout le noir de carbone.

**5.10 Bêchers**, de capacité 50 ou 100 cm<sup>3</sup>, avec bec verseur.

**5.11 Tissu pour verre optique**, exempt d'éléments susceptibles de rayer.

## 6 Préparation de l'échantillon

**6.1** Pulvériser l'échantillon granulé à l'aide du mortier et du pilon ou d'un appareil équivalent (5.7).

**6.2** Sécher environ 4 g de l'échantillon pulvérisé de noir de carbone durant 1 h, à une température de  $105 \pm 2$  °C, selon l'ISO 1126. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante. Laisser l'échantillon sec dans le dessiccateur jusqu'au moment de l'essai.

NOTE — Le noir de carbone ne devrait jamais être séché à une température plus élevée que celle spécifiée, ni séché au moyen de lampes à infrarouge, car une partie des matières extractibles risquerait de s'évaporer et de fausser les résultats.

## 7 Conditions d'essai

L'essai doit être de préférence effectué dans les conditions normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 471, soit à une température de  $23 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $50 \pm 5$  %, soit à une température de  $27 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $65 \pm 5$  %. Le réactif et l'appareillage doivent être laissés dans le local d'essais durant une période suffisante pour leur permettre d'atteindre la température ambiante avant d'être utilisés.

Le toluène est considéré comme un produit toxique et néfaste à la santé; en conséquence, cet essai doit être effectué sous une hotte avec une aspiration de vapeur suffisante. Tous moteur, ventilateur, etc. ne doivent pas produire d'étincelles. La hotte doit aussi être exempte de toutes autres fumées ou vapeurs susceptibles de contaminer les réactifs et l'appareillage utilisés et d'en altérer ainsi les résultats.

## 8 Mode opératoire

**8.1** Laisser le spectrophotomètre (5.3) chauffer durant au moins 10 min avant le réglage (voir 5.4, note 3).

Filtrer environ 30 cm<sup>3</sup> de toluène (4.1) dans une fiole conique (5.5) et fermer la fiole hermétiquement. Verser une partie du toluène dans un bécher (5.10) et rincer trois fois une cuve d'absorption (5.4) avec du toluène filtré, en la remplissant environ jusqu'au tiers à chaque fois.

NOTE — Ne manipuler la cuve d'absorption qu'en la prenant par les côtés en verre dépoli. Ne jamais toucher avec les doigts les faces polies et transparentes.

Remplir la cuve d'absorption avec le toluène filtré et essuyer l'extérieur de la cuve avec un tissu pour verre optique. Mettre la cuve en place dans le spectrophotomètre et régler l'appareil sur 100 % de transmittance lumineuse, en utilisant une longueur d'onde de 425 nm.

**8.2** Peser  $2,0 \pm 0,01$  g de noir de carbone pulvérisé et séché, et introduire cette prise d'essai dans une fiole conique (5.5).

NOTE — Si la capacité de la cuve d'absorption l'exige, il est permis d'utiliser une prise d'essai plus importante; ajouter 10 cm<sup>3</sup> de toluène pour chaque gramme supplémentaire de noir de carbone.

**8.3** Verser, à l'aide de l'éprouvette graduée (5.6),  $20 \pm 0,5$  cm<sup>3</sup> de toluène filtré dans la fiole conique contenant la prise d'essai et boucher la fiole.

\* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour le centimètre cube (cm<sup>3</sup>), selon une décision de la 12<sup>e</sup> Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est, en général, accepté dans les Normes internationales quand il s'agit de capacités de verrerie jaugées et de volumes liquides. La verrerie marquée de l'une ou l'autre manière peut être utilisée d'une manière satisfaisante avec les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale.

**8.4** Dans un délai de 5 s après l'addition du toluène, agiter le mélange à la main en imprimant à la fiole un mouvement circulaire pendant  $60 \pm 5$  s. Alternativement, un agitateur mécanique pouvant assurer une agitation énergique à une cadence d'environ 240 coups par minute peut être utilisé.

**8.5** Immédiatement après l'agitation, filtrer le mélange à travers le papier filtre (5.9) dans une seconde fiole conique (5.5) et boucher la fiole. S'il est évident qu'il subsiste du noir de carbone dans le filtrat, rejeter ce dernier et recommencer. Changer de papier filtre pour chaque prise d'essai.

**8.6** Rincer la cuve d'absorption trois fois avec environ 1 cm<sup>3</sup> du filtrat obtenu en 8.5 à chaque fois et vider la cuve.

**8.7** Remplir la cuve d'absorption à ras bord avec le filtrat obtenu en 8.5 et sécher l'extérieur de la cuve avec un tissu pour verre optique.

**8.8** Mettre la cuve en place dans le spectrophotomètre réglé (voir 8.1) et lire la transmittance lumineuse pour une longueur d'onde de 425 nm.

**8.9** Rincer la cuve d'absorption avec du toluène propre immédiatement après chaque détermination.

## 9 Expression des résultats

Exprimer la transmittance lumineuse de l'extrait toluénique en pourcentage, pour une épaisseur de filtrat de 10 mm et une longueur d'onde de 425 nm, par rapport à celle du toluène pur.

Arrondir le résultat au 1 % le plus proche.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente partie de l'ISO 3858;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) identification du spectrophotomètre utilisé;
- d) résultats obtenus;
- e) date de l'essai.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3858-2:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4aa337d-46b5-48a2-9daa-64a544827601/iso-3858-2-1982>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3858-2:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4aaf337d-46b5-48a2-9daa-64a544827601/iso-3858-2-1982>