

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Noir de carbone — Détermination de la  
transmittance spectrale de l'extrait  
toluénique**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of  
light transmittance of toluene extract*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 3858:2004](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 3858:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004>

© ISO 2004

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3858 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*.

Elle annule et remplace l'ISO 3858-1:1990 et l'ISO 3858-2:1990, dont elle constitue une révision technique.

[ISO 3858:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004>

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

ISO 3858:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique

**AVERTISSEMENT** — Il est recommandé que les personnes utilisant la présente Norme internationale connaissent les pratiques normales de laboratoire. La présente norme ne prétend pas résoudre tous les problèmes de sécurité éventuels associés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques de sécurité et de santé appropriées et d'assurer la conformité à toutes les conditions réglementaires nationales.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique du noir de carbone pour l'industrie du caoutchouc comme moyen de mesure de la décoloration provoquée par les matières extractibles.

La valeur de la transmittance spectrale fournit une estimation du degré de décoloration causé par la matière présente à la surface du noir de carbone, qui est extractible par le toluène (extrait toluénique).

Cette méthode n'est pas applicable aux noirs de carbone qui ont un extrait toluénique élevé.

[ISO 3858:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004)

## 2 Références normatives [c18e6a654f71/iso-3858-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce-c18e6a654f71/iso-3858-2004)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 1126:—<sup>1)</sup>, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur*

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

## 3 Principe

On sèche un échantillon de noir de carbone et l'on pèse une prise d'essai qui est mélangée avec un volume mesuré de toluène à la température ambiante. Le mélange est filtré et une portion du filtrat est transvasée dans une cuve d'absorption. La transmittance spectrale du filtrat est mesurée par rapport au toluène pur, à l'aide d'un spectrophotomètre réglé à une longueur d'onde sélectionnée.

---

1) À publier. (Révision de l'ISO 1126:1992)

## 4 Réactif

4.1 **Toluène**, de qualité analytique reconnue, C.A.S. n° 108-88-3.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et ce qui suit:

5.1 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg.

5.2 **Étuve**, de préférence à tirage naturel, permettant de maintenir une température de 125 °C à ± 1 °C et une uniformité de la température à ± 5 °C.

5.3 **Spectrophotomètre**, avec une lampe au tungstène, une bande passante de 20 nm de largeur au maximum, permettant la mesure de la transmittance en pourcentage pour une longueur d'onde de 425 nm. L'appareil doit être de type à prisme ou réseau de haute résolution, éliminant ainsi l'utilisation d'un filtre optique. Il doit être utilisé selon le manuel d'utilisation du fabricant pour des performances optimales. Certains appareils peuvent nécessiter l'utilisation d'un stabilisateur de tension dans le circuit d'alimentation électrique, afin de compenser des variations de tension de plus de 4 V.

NOTE Des modèles courants de photomètres peuvent être utilisés. Toutefois, ils peuvent différer par la largeur de la bande passante par rapport au modèle spécifié et donner ainsi des résultats différents de transmittance spectrale. Il est recommandé d'étalonner ces appareils pour toute la gamme utile de transmittance spectrale par rapport à un spectrophotomètre de haute résolution (ayant, par exemple, une bande passante de 2 nm de largeur pour une longueur d'onde de 425 nm) pour la correction éventuelle des lectures.

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 mm ± 0,05 mm.

NOTE 1 Si le parcours optique à travers la cuve n'est pas égal à 10 mm, la transmittance spectrale que l'on obtiendrait avec une cuve de 10 mm est donnée par l'équation

$$\log_{10} \tau_0 = \frac{10}{L} \times \log_{10} \tau - \frac{20}{L} + 2 \quad (1)$$

où

$\tau_0$  est la transmittance spectrale à travers une cuve de 10 mm, en pourcentage;

$\tau$  est la transmittance spectrale observée à travers la cuve utilisée, en pourcentage;

$L$  est la longueur du parcours optique de la cuve utilisée, en millimètres.

NOTE 2 Les cuves d'absorption peuvent différer par leur transmittance spectrale. Il est recommandé d'utiliser la même cuve d'absorption pour le réglage du spectrophotomètre et pour les mesures réelles.

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

5.6 **Éprouvette graduée**, d'une capacité de 50 cm<sup>3</sup>, avec trait de repère tous les centimètres cubes, ou **distributeur automatique**, de type bouteille.

5.7 **Broyeur**, soit mortier et pilon, soit malaxeur à lame à rotation rapide ou appareil équivalent.

5.8 **Entonnoir de filtration**, de 75 mm de diamètre intérieur au sommet, en verre chimiquement inerte.

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

**5.11 Chiffon**, non pelucheux, ou **tissu pour verres optiques**.

**5.12 Cotons-tiges**.

**5.13 Hotte fermée**, entièrement fermée sur trois côtés, avec une aspiration de fumée suffisante, ainsi qu'un ventilateur et un moteur à l'épreuve des étincelles.

**5.14 Récipient de sûreté**, pour éliminer le toluène utilisé et les extraits de noirs de carbone.

## 6 Préparation des échantillons

**6.1** Les échantillons doivent être prélevés selon l'ISO 1124.

**6.2** Broyer en poudre les échantillons granulés à l'aide du mortier et du pilon ou d'un appareil équivalent (5.7).

**6.3** Sécher environ 4 g de l'échantillon pulvérisé de noir de carbone pendant 1 h à une température de 125 °C dans l'étuve (5.2), comme spécifié dans l'ISO 1126:—, méthode 1. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante. Laisser l'échantillon sec dans le dessiccateur jusqu'au moment de l'essai.

Le noir de carbone ne doit pas 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.

NOTE Le séchage est facultatif pour les noirs de carbone produits au moyen d'un procédé par voie sèche, tels que les noirs de carbone thermiques.

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 7 Conditions d'essai

ISO 3858:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/124185c1-6366-4d4b-80ce->

L'essai doit être effectué dans des conditions normalisées, à une température de 23 °C ± 2 °C et à une humidité relative de (50 ± 5) % ou bien à une température de 27 °C ± 2 °C et à une humidité relative de (65 ± 5) %. Le réactif et l'appareillage doivent être laissés dans le local d'essai pendant une période suffisante pour leur permettre d'atteindre la température ambiante avant d'être utilisés.

**ATTENTION — Le toluène est un produit dangereux; en conséquence, cet essai doit être effectué sous une hotte fermée avec une aspiration de fumée 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 le réactif ou l'appareillage utilisé et d'altérer ainsi les résultats.**

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Normalisation du spectrophotomètre

**8.1.1** Laisser le spectrophotomètre (5.3) chauffer pendant la durée spécifiée dans le manuel d'utilisation de l'appareil.

**8.1.2** Régler la longueur d'onde de l'appareil à 425 nm. Vérifier la lecture à zéro et la régler si nécessaire.

**8.1.3** Placer le papier-filtre (5.9) dans un entonnoir (5.8) et filtrer environ 30 cm<sup>3</sup> de toluène (4.1) dans une fiole conique (5.5) et fermer la fiole hermétiquement.

**8.1.4** Verser une partie du toluène filtré dans un becher (5.10).

**8.1.5** À l'aide du bec verseur du becher, rincer trois fois une cuve d'absorption (5.4) avec du toluène filtré, en la remplissant environ jusqu'au tiers chaque fois.

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.

**8.1.6** Remplir la cuve d'absorption avec du toluène filtré et essuyer minutieusement l'extérieur de la cuve avec le chiffon ou le tissu pour verres optiques (5.11), tout en maintenant la cuve devant une source de lumière suffisante pour un contrôle approprié.

Le contenu de la cuve doit être exempt de tout contaminant, par exemple des fibres, qui pourrait entraîner une diffusion de la lumière et fausser les résultats. Si nécessaire, nettoyer l'intérieur avec un coton-tige (5.12) ou essuyer de nouveau l'extérieur jusqu'à ce qu'il soit parfaitement propre. Si le nettoyage de l'intérieur de la cuve est nécessaire, recommencer ensuite le mode opératoire comme indiqué en 8.1.5.

**8.1.7** Placer la cuve d'absorption dans le spectrophotomètre et régler l'appareil sur 100 % de transmittance spectrale, en utilisant une longueur d'onde de 425 nm.

## 8.2 Essais sur les échantillons

**8.2.1** À l'exception des noirs de carbone N990, N991, N907 et N908, peser  $2 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  de noir de carbone en poudre et séché (voir 6.2) et introduire cette prise d'essai dans une fiole conique (5.5).

Pour les noirs de carbone N990 et N991, peser  $5,0 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  de noir; pour les noirs de carbone N907 et N908, peser  $3,0 \text{ g} \pm 0,01$  de noir.

**8.2.2** Verser, à l'aide de l'éprouvette graduée ou du distributeur automatique (5.6),  $20 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$  de toluène dans une fiole conique contenant la prise d'essai et boucher la fiole (pour les noirs de carbone N990 et N991, ajouter  $50 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$  de toluène, pour les noirs de carbone N907 et N908, ajouter  $30 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$  de toluène).

Si nécessaire, il est admis d'utiliser une prise d'essai et du toluène en plus grandes quantités, mais celles-ci doivent respecter le rapport de  $10 \text{ cm}^3$  de toluène pour  $1 \text{ g}$  de noir de carbone.

**8.2.3** Dans un délai de 5 s après l'addition du toluène, agiter vigoureusement le mélange à la main pendant 60 s à 65 s. Alternativement, un agitateur mécanique pouvant assurer une agitation énergique à une cadence d'environ 240 coups par minute peut être utilisé.

**8.2.4** Immédiatement après l'agitation, filtrer le mélange avec un entonnoir (5.8) à travers le papier-filtre (5.9) dans une seconde fiole conique (5.5) et boucher la fiole.

Si des traces de noir de carbone subsistent dans le filtrat, rejeter ce dernier et recommencer.

Changer de papier-filtre pour chaque prise d'essai.

**AVERTISSEMENT** — Les noirs de carbone peuvent contenir des composés aromatiques polycycliques, dont certains sont des cancérigènes connus. Si tel est le cas, ces composés sont si étroitement liés au noir de carbone qu'ils sont biologiquement inactifs, mais ils peuvent être éliminés par le mode opératoire spécifié dans la présente norme. Il convient de prendre un soin tout particulier pour éviter le contact de la peau avec les extraits par solvant provenant des noirs de carbone.

**8.2.5** Au moyen d'une cuve d'absorption de même transmittance que celle utilisée en 8.1.5 ou, si possible, la même cuve, répéter avec le filtrat (voir 8.2.4) les opérations décrites de 8.1.4 à 8.1.6.

**8.2.6** Placer la cuve d'absorption dans le spectrophotomètre normalisé (voir 8.1) et enregistrer la transmittance en pourcentage pour une longueur d'onde de 425 nm à 1 % près.

**8.2.7** Rincer la cuve d'absorption avec du toluène propre (4.1) immédiatement après chaque détermination.

**8.2.8** Si possible, corriger les valeurs de transmittance indiquées par le spectrophotomètre conformément à la Note de 5.3 et à la Note 1 de 5.4 et enregistrer le résultat à 1 % près.



## 9 Fidélité et biais

9.1 Les informations sur la fidélité et sur le biais ont été obtenues à partir d'un programme d'essai interlaboratoires mené conformément aux exigences de l'ISO/TR 9272.

9.2 Les résultats donnent une estimation de la fidélité telle que décrite ci-dessous. Les paramètres de fidélité ne doivent pas être utilisés pour des essais d'acceptation/rejet de tout groupe de matériaux sans documentation montrant qu'ils sont applicables aux matériaux particuliers et aux protocoles d'essai spécifiques qui incluent cette méthode d'essai.

9.3 Un programme de fidélité interlaboratoires de Type 1 a été effectué comme détaillé dans le Tableau 1. La répétabilité et la reproductibilité représentent des conditions d'essai à court terme (quotidiennes). Les essais ont été réalisés par deux opérateurs dans chaque laboratoire effectuant l'essai une fois par jour pendant deux jours. Un résultat d'essai était la valeur obtenue à partir d'une seule détermination. Les valeurs de différence acceptable n'ont pas été mesurées. L'élément de variation entre les deux opérateurs est inclus dans les valeurs calculées pour  $r$  et  $R$ .

Tableau 1 — Programme d'essai interlaboratoires

Période d'essai nominale	Matériau	Nombre de laboratoires
Mars 1996	N650	48
Octobre 1996	IRB 6 (N330)	40
Mars 1997	SRB N762	44
Septembre 1997	SRB A5 (N135)	39
Mars 1998	N550	45

9.4 Les résultats des calculs de fidélité sont donnés dans le Tableau 2, exprimés en valeurs absolues (transmittance en pourcentage).

Tableau 2 — Paramètres de fidélité

Toutes les valeurs en pourcentage

Matière	Niveau moyen	$s_r$	( $r$ )	$s_R$	( $R$ )
N550	96,91	0,68	1,93	1,87	5,28
N660	97,41	0,65	1,83	1,34	3,79
SRB N762	98,01	0,65	1,84	1,23	3,49
SRB A5 (N135)	98,99	0,39	1,09	0,64	1,81
IRB 6 (N330)	98,99	0,38	1,08	0,81	2,30
Moyenne	98,06				
Valeurs groupées		0,56	1,60	1,25	3,55

9.5 La fidélité des valeurs groupées pour la transmittance spectrale de l'extrait toluénique peut être exprimée comme suit:

**9.5.1 Répétabilité:** La répétabilité relative groupée ( $r$ ) de cet essai a été établie à 1,60 %. Toutes les autres valeurs dans le Tableau 2 peuvent être utilisées comme estimation de la répétabilité, le cas échéant. La différence entre deux résultats d'essai (ou déterminations) individuels décelée sur une matière d'essai identique, dans les conditions de répétabilité prescrites pour cet essai, ne dépasse pas plus d'une fois sur 20 en moyenne la valeur de la répétabilité, pour une application normale et correcte de la méthode. Deux