
**Ingrédients de mélange de caoutchouc —
Noir de carbone — Détermination de la
distribution dimensionnelle des agrégats
par photosédimentométrie avec
centrifugeuse à disque**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
aggregate size distribution by disc centrifuge photosedimentometry*
(standards.iteh.ai)

ISO 15825:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-6f0853bfc33b/iso-15825-2004>



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 15825:2004](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-6f0853bfc33b/iso-15825-2004>

© 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Intérêt et utilisation	1
4 Termes et définitions	1
5 Appareillage	3
6 Réactifs et matériaux	4
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de l'échantillon	4
9 Équipement informatique et logiciel	5
10 Mode opératoire	5
11 Fidélité et biais	6
12 Rapport d'essai	7

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15825:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-6f0853bfc33b/iso-15825-2004>

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 15825 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*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15825:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-6f0853bfc33b/iso-15825-2004>

Ingrédients de mélange de caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats par photosédimentométrie avec centrifugeuse à disque

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats de noir de carbone à l'aide d'un photosédimentomètre avec centrifugeuse à disque. Cette technique est fondée sur le comportement hydrodynamique du noir de carbone dans un champ centrifuge. La détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats est importante dans l'évaluation du noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc.

2 Références normatives

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 15825:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-15825-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb743454-d742-4696-a57f-15825-2004>

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

3 Intérêt et utilisation

La photosédimentométrie avec centrifugeuse à disque produit rapidement une distribution dimensionnelle des agrégats en fonction de leurs différences de masse, en mesurant en continu la turbidité de la solution en fonction de la durée de la centrifugation. Pour obtenir une distribution de masse vraie, on doit utiliser un coefficient de correction pour la diffusion de la lumière.

4 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

4.1

agrégat de noir de carbone

entité distincte, rigide et colloïdale, représentant la plus petite unité de dispersion dans une suspension

NOTE Il est constitué de particules intimement soudées par fusion.

4.2

fluide de rotation

liquide inerte injecté sur le disque avant la prise d'essai, dans lequel l'agrégat sédimente

NOTE Dans la plupart des cas, des conditions alcalines réduisent au minimum l'agglomération des agrégats dispersés.

4.3

fluide de dispersion

liquide dans lequel les agrégats sont dispersés

4.4

équation de Stokes

formule mathématique décrivant la sédimentation d'une particule sphérique

$$D_{st} = \sqrt{\frac{1,8 \times 10^{16} \eta \ln\left(\frac{R}{S}\right)}{(\rho_1 - \rho_2) \omega^2 t}}$$

où

D_{st} est le diamètre de Stokes (nm);

η est la viscosité du fluide de rotation (Pa·s);

R est la distance du photo détecteur par rapport au centre de rotation (cm);

S est la distance de l'interface entre l'air et le liquide par rapport au centre de rotation (cm);

t est le temps de centrifugation (s);

ρ_1 est la masse volumique du noir de carbone (Mg/m³);

ρ_2 est la masse volumique du fluide de rotation (Mg/m³);

ω est la vitesse de rotation (rad/s).

4.5

masse volumique des particules

masse volumique de l'agrégat, en Mg/m³

NOTE Pour le noir de carbone, la valeur $1,86 \times 10^3$ kg/m³ (1,86 g/cm³) peut être utilisée comme valeur type.

4.6 Termes concernant les dimensions des agrégats

4.6.1

diamètre de Stokes

D_{st}
diamètre d'une particule sphérique qui sédimente au sein d'un milieu visqueux dans un champ centrifuge ou gravitationnel selon l'équation de Stokes

NOTE 1 Une particule non sphérique, tel qu'un agrégat de noir de carbone, peut aussi être représentée en termes d'équivalent du diamètre de Stokes, si l'on considère qu'elle se comporte comme une particule sphérique rigide, lisse ayant la même masse volumique et la même vitesse de sédimentation.

NOTE 2 Les diamètres des particules de noir de carbone sont exprimés en nanomètres (nm).

4.6.2**médiane de Stokes**

D_{st} (pour établissement du rapport)

point de la courbe de distribution de masse où 50 % de la prise d'essai en masse sont des particules plus grosses ou plus fines de part et d'autre de ce point

NOTE Ce point représente donc la valeur médiane de la distribution.

4.6.3**mode**

valeur à laquelle le diamètre le plus fréquent est observé, représentée par un pic sur la courbe de distribution

NOTE Dans certains cas, il peut y avoir plusieurs modes indiqués

4.6.4**quartile inférieur**

zone de la courbe de distribution de masse dans laquelle 75 % de l'échantillon de noir est constitué de particules plus grosses et 25 % de particules plus fines

4.6.5**quartile supérieur**

zone de la courbe de distribution de masse dans laquelle 75 % de l'échantillon de noir est constitué de particules plus fines et 25 % de particules plus grosses

4.6.6**rapport de quartile**

rapport entre le quartile supérieur et le quartile inférieur

4.6.7

$\Delta D-50$

largeur de la courbe de distribution de masse mesurée à mi-hauteur du mode qui est une mesure de l'amplitude de la distribution dimensionnelle des agrégats

5 Appareillage

5.1 Photosédimentomètre avec centrifugeuse à disque (DCP)¹⁾, capable de vitesses de rotation de 1 000 r/min à 10 000 r/min ou supérieures, avec dispositif intégré de contrôle de la rotation (exactitude et stabilité supérieures à $\pm 0,05$ %), volume du fluide de rotation compris entre 10 cm³ et 20 cm³, température stable du fluide de rotation stroboscope de contrôle du disque pour vérifier la stabilité et les anomalies d'écoulement et un dispositif optique approprié de mesure de la turbidité approprié.

5.2 Émetteur d'ultrasons de type sonde, avec une puissance de sortie de 100 W ou plus qui permet de disperser la matière en agrégats distincts. Une sonde à micropointe peut être considérée acceptable pour un usage limité, mais, pour l'utilisation courante²⁾, une pointe de diamètre 12,7 mm (1/2 in) avec une puissance de 50 W est mieux adaptée.

1) Les exemples suivants d'instruments DCP sont considérés acceptables: BI-DCP Particle Sizer, disponible auprès de Brookhaven Instruments Corporation, 750 Blue Point Rd., Holtsville, NY, 11742 États-Unis et Joyce-Loebl DCF-4 (plus disponible). Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne constitue pas une obligation de l'ISO d'utiliser les appareils cités. D'autres appareils répondant aux exigences spécifiées peuvent être utilisés.

2) Un exemple adapté est le modèle Probe Sonicator W-225 ou W-380, Heat Systems ultrasonic, 1938 New Highway Farmingdale, NY, 11735 États-Unis. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne constitue pas une obligation de l'ISO d'utiliser les appareils cités. D'autres appareils répondant aux exigences spécifiées peuvent être utilisés.

5.2.1 Pour connaître le temps nécessaire pour la meilleure sonification, utiliser un noir de carbone de référence normalisé B5³⁾ ou un noir de référence industriel n° 7 et l'exposer aux ultrasons. Une désagglomération suffisante du noir de carbone donnera un mode de 113 nm ± 5 nm. Adapter la durée de sonification jusqu'à ce que cette valeur soit atteinte. Cette durée servira pour l'analyse des échantillons de noir de carbone. Répéter l'opération pour chaque changement de pointe de la sonde.

5.2.2 Les pointes de sonde se détériorent avec le temps. En conséquence, il est recommandé:

- a) de tester un noir de référence (par exemple un noir de référence normalisé) avant de procéder à l'essai des échantillons;
- b) de changer la pointe si la valeur du mode augmente de plus de 3 nm par rapport aux valeurs précédentes.

6 Réactifs et matériaux

Sauf indication contraire, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue ⁴⁾.

6.1 Eau, distillée ou déminéralisée, qualité 3, conforme à l'ISO 3696.

6.2 Éthanol, absolu.

6.3 Surfactant, de type non ionique⁵⁾, solutions de 0,02 % à 0,05 % (par masse).

6.4 Dodécane, de pureté ≥ à 98 % (type GC).

6.5 Fluide de rotation: eau (6.1) et surfactant (6.3) pouvant être ajustés à pH de 9,0 à 10,0, par ajout de 0,1 mol/dm³ de NaOH.

6.6 Fluide de dispersion: solution de 20 cm³ d'éthanol (6.2) et 80 cm³ d'eau (6.1) contenant le surfactant (6.3). La solution peut être ajustée à pH de 9,0 à 10,0 en utilisant 0,1 mol/dm³ de NaOH.

7 Échantillonnage

Prélever des échantillons de noir de carbone, au hasard, dans des lots de grande dimension, sous forme granulée ou non granulée, conformément à l'ISO 1124. Étiqueter et conserver les échantillons en vue du stockage ou d'analyses ultérieures.

8 Préparation de l'échantillon

8.1 Peser 10 mg de noir de carbone dans une coupelle de pesée. Si cette masse est trop élevée, utiliser un échantillon d'essai de 5 mg.

3) SRB B5 n'est plus disponible.

4) «Reagent Chemicals, American Chemical Society», Am. Chemical Soc.; Washington DC. Pour plus de renseignements sur les réactifs ne figurant pas dans la liste de l'American Chemical Society, se reporter à l'ouvrage «Reagent Chemicals and Standards» de Joseph Rosin, D. Van Nostrand Co., Inc., New York, NY et la Pharmacopée des États-Unis».

5) Nonidet, P-40, Shell Chemicals, convient pour cette application. 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 du produit ainsi désigné. Tout type de surfactant non ionique peut être utilisé comme équivalent.

Certains logiciels ne peuvent pas traiter les valeurs de turbidité élevées. Dans ce cas, il faut alors utiliser des échantillons d'essai plus petits.

8.2 Ajouter jusqu'à 50 cm³ de fluide de dispersion (6.6).

8.3 Disperser par ultrasons pendant la durée mentionnée en 5.2.1, avec le récipient de dispersion immergé dans un liquide refroidissant tel que de l'eau glacée afin de minimiser l'effet de réchauffement libéré par l'énergie sonore durant la sonification. Il est nécessaire que la température de l'échantillon d'essai à évaluer soit approximativement la même que la température ambiante afin de réduire au minimum les gradients de température dans le disque.

Il est nécessaire de prolonger la sonification des échantillons d'essai si l'on observe un écoulement ou si le dernier traitement par ultrasons remonte à plus de 1 h.

9 Équipement informatique et logiciel

Saisir les paramètres appropriés y compris le nom du dossier, la température du fluide, la masse volumique et la viscosité, l'identification de l'échantillon d'essai, le volume du fluide de rotation et la vitesse du disque. La séquence spécifique et les paramètres dépendent du logiciel utilisé; deux exemples type de logiciels appropriés sont fournis avec l'appareil de Brookhaven ou de Joyce-Loebl⁶⁾.

Il est nécessaire d'utiliser des coefficients de correction pour la diffusion de la lumière. Un logiciel disponible chez Brookhaven opère cette correction.

iTeh STANDARD PREVIEW

10 Mode opératoire (standards.iteh.ai)

10.1 Régler la vitesse de rotation; en général 8 000 r/min à 10 000 r/min convient pour les types renforçants et 4 000 r/min à 6 500 r/min pour les types semi-renforçants. Une phase de préchauffage de 30 min est nécessaire à la vitesse choisie. S'assurer que le fluide de rotation utilisé en 10.3 est à température ambiante.

10.2 Injecter 0,2 cm³ d'éthanol (6.2) et démarrer la centrifugeuse.

10.3 Injecter soigneusement un volume approprié de fluide de rotation (6.5), habituellement un volume entre 10 cm³ et 20 cm³ est nécessaire pour obtenir une sous-couche par rapport à l'éthanol.

10.4 Injecter 0,1 cm³ de dodécane (6.4) sur le haut de la couche de gradient pour réduire l'évaporation due au refroidissement.

10.5 Attendre 3 min.

10.6 Régler, s'il y a lieu, la turbidité à zéro sur le photodétecteur DCP. Selon l'instrument utilisé, ce réglage n'est pas nécessaire.

L'utilisation de commandes pour «accélérer» et «ralentir» la vitesse de rotation du disque pour produire un gradient régulier donne des résultats de reproductibilité médiocre.

10.7 Injecter 0,25 cm³ d'échantillon d'essai, préparé comme à l'Article 8, sur le disque en rotation, et mettre immédiatement l'ordinateur en marche pour enregistrer les données.

10.8 Lire la température de la chambre mesurée à l'aide du thermocouple intégré.

6) Joyce-Loebl and Brookhaven sont des exemples d'appareils disponible dans le commerce. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne constitue pas une obligation de l'ISO d'utiliser les appareils cités.