

---

**NORME INTERNATIONALE**



**247**

---

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

---

## **Caoutchouc — Détermination des cendres**

*Rubber — Determination of ash*

Deuxième édition — 1978-05-15

---

**CDU 678.01 : 53**

**Réf. n° : ISO 247-1978 (F)**

**Descripteurs** : caoutchouc, analyse chimique, dosage, cendre.

Prix basé sur 3 pages

## 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 247 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.13.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 247-1976), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne	Inde	Suède
Australie	Italie	Suisse
Belgique	Malaisie	Tchécoslovaquie
Brésil	Mexique	Turquie
Bulgarie	Pays-Bas	U.R.S.S.
Canada	Pologne	U.S.A.
Espagne	Roumanie	Yougoslavie
France	Royaume-Uni	
Hongrie	Sri Lanka	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

# Caoutchouc – Détermination des cendres

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme internationale spécifie trois méthodes de détermination des cendres des caoutchoucs bruts, des mélanges à base de caoutchouc et des vulcanisats. Les méthodes sont applicables aux caoutchoucs vulcanisés en mélange ou bruts des groupes M, N, O, R et U décrits dans l'ISO 1629, moyennant toutefois les restrictions figurant en 1.2 et 1.3.

L'interprétation des résultats de cette détermination pour l'évaluation de la teneur en matières minérales d'un mélange ou d'un vulcanisat est hors du domaine d'application de la présente Norme internationale. Elle est du ressort de l'analyste, qui doit avoir connaissance du comportement des additifs présents dans le caoutchouc aux températures élevées.

1.2 Les méthodes A et B ne doivent pas être utilisées pour la détermination des cendres dans les caoutchoucs en mélange ou vulcanisés contenant du chlore, du brome ou de l'iode.

1.3 La méthode C ne doit pas être utilisée pour les caoutchoucs bruts.

1.4 Les composés de lithium et de fluor réagissent avec les creusets en silice pour former des composés volatils, ce qui donne des résultats plus faibles en ce qui concerne les cendres. Des creusets en platine doivent être utilisés pour la calcination des caoutchoucs polymérisés contenant du lithium et du fluor.

1.5 Les trois méthodes de calcination ne donnent pas des résultats identiques; dans tous les cas, il est nécessaire de noter, dans le procès-verbal d'essai, celle qui est employée.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO 248, *Caoutchoucs bruts – Détermination des matières volatiles*.

ISO 1629, *Caoutchouc et latex de caoutchouc – Nomenclature*.

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles – Échantillonnage*.

ISO 1796, *Caoutchouc brut – Préparation des échantillons*.

## 3 PRINCIPE DES MÉTHODES

### 3.1 Méthode A

Chauffage d'une prise d'essai pesée dans un creuset, sur un brûleur à gaz. Après élimination de toutes les matières volatiles, transfert du creuset dans un four à moufle, dans lequel il est chauffé jusqu'à ce que toutes les matières charbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

### 3.2 Méthode B

Chauffage d'une prise d'essai pesée, enveloppée dans du papier filtre sans cendres et placée dans un creuset, dans un four à moufle jusqu'à ce que toutes les matières volatiles aient été éliminées, que toutes les matières charbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

### 3.3 Méthode C

Chauffage d'une prise d'essai pesée dans un creuset, sur un brûleur à gaz. Transfert du creuset dans un four à moufle, dans lequel il est chauffé jusqu'à ce que toutes les matières charbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

## 4 APPAREILLAGE

4.1 **Creuset**, en porcelaine, en silice ou en platine, de capacité 50 ml\* environ. Pour les caoutchoucs synthétiques bruts, on peut utiliser un creuset ayant une capacité minimale de 25 ml par gramme de prise d'essai ou un récipient en aluminium de capacité 50 ml environ.

\* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm<sup>3</sup>), conformément à la décision de la douzième Conférence générale des poids et mesures. Le terme millilitre est généralement admis pour désigner les capacités de la verrerie volumétrique et les volumes de liquide dans les Normes internationales. Des verreries marquées avec l'une ou l'autre désignation conviennent également pour être utilisées avec la présente Norme internationale.

**4.2 Plaque d'amiante** (pour les méthodes A et C), de forme carrée, de côté 100 mm et d'épaisseur 5 mm environ. Un trou doit être ménagé en son centre pour servir de support au creuset. Les deux tiers environ du creuset doivent dépasser en dessous de la plaque d'amiante.

**4.3 Bec de Bunsen**, ou brûleur à gaz d'un type identique (pour les méthodes A et C).

**4.4 Papier filtre** (pour la méthode B uniquement), sans cendres, de diamètre 150 mm.

**4.5 Four à moufle**, muni d'une cheminée et de dispositifs destinés à contrôler la circulation de l'air dans le four. (On peut, pour cela, régler l'ouverture de la porte.) Un dispositif pour contrôler la température à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$  et à  $950 \pm 25^\circ\text{C}$  est nécessaire.

## 5 RÉACTIF

**Acide sulfurique** (pour la méthode C uniquement), de qualité analytique,  $\rho$  1,84 g/ml.

## 6 PRÉPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

**6.1** Les prises d'essai de caoutchouc naturel brut doivent être prélevées dans le prélèvement homogénéisé préparé selon l'ISO 1796. Les prises d'essai de caoutchoucs de synthèse bruts doivent être prélevées dans le caoutchouc séché obtenu à partir de la détermination des matières volatiles spécifiée dans l'ISO 248.

**6.2** Les prises d'essai de mélanges à base de caoutchouc doivent être réduites en petits morceaux, à la main.

**6.3** Les prises d'essai des vulcanisats doivent être mises en feuilles, pulvérisées dans un broyeur ou réduites en petits morceaux, à la main.

NOTE — On doit s'assurer que les prises d'essai des mélanges à base de caoutchouc et des vulcanisats soient bien représentatives de l'échantillon.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Méthode A

Chauffer le creuset (4.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (4.5) maintenu à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$ , durant 30 min environ. Retirer le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante et le peser à 0,001 g près. Prélever une prise d'essai de 5 g environ de caoutchouc brut ou de 1 à 5 g de mélange ou de vulcanisat, selon la masse de cendres présumée, et la peser à 0,001 g près. Placer la prise d'essai dans le creuset inséré dans le trou de la plaque d'amiante (4.2). Chauffer doucement le creuset à l'aide du brûleur (4.3), en faisant attention que le caoutchouc ne s'enflamme pas. Si l'on a perdu du produit à cause de projections ou de débordement, recommencer le mode opératoire ci-dessus avec une nouvelle prise d'essai.

Lorsque le caoutchouc s'est décomposé en une masse carbonisée, augmenter graduellement le chauffage du brûleur jusqu'à l'élimination suffisante des produits volatils et l'obtention d'un résidu charbonneux sec. Transférer le creuset et son contenu dans le four à moufle maintenu à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$ , en laissant la porte du four légèrement ouverte de façon à obtenir un courant d'air suffisant pour oxyder le carbone.

Poursuivre le chauffage jusqu'à ce que tout le carbone ait été oxydé et jusqu'à l'obtention de cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir dans le dessiccateur à la température ambiante et les peser à 0,001 g près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four, à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$  durant 30 min environ, retirer du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser à 0,001 g près. Cette masse ne doit pas s'écarter de la masse précédente de plus de 0,001 g dans le cas de caoutchoucs bruts, ou de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres pour les mélanges et les vulcanisats. Si cette condition n'est pas remplie, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives respecte cette condition.

### NOTES

1 Dans le cas de mélanges et de vulcanisats, on peut adopter une température de  $950 \pm 25^\circ\text{C}$ . Si cette température est adoptée, des récipients en aluminium ne doivent pas être employés, et la température doit être mentionnée dans le procès-verbal d'essai, ainsi que la raison pour laquelle elle a été retenue.

2 Dans le cas de caoutchoucs bruts, les pesées doivent être effectuées à 0,000 1 g près.

### 7.2 Méthode B

Chauffer le creuset (4.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (4.5) maintenu à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$ , durant 30 min environ. Retirer le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante et le peser à 0,001 g près. Prélever une prise d'essai de 5 g environ de caoutchouc brut ou de 1 à 5 g de mélange ou de vulcanisat, selon la masse de cendres présumée, et la peser à 0,001 g près. Envelopper la prise d'essai dans du papier filtre sans cendres (4.4) et la placer dans le creuset. Transférer le creuset et son contenu dans le four à moufle maintenu à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$ , et fermer la porte rapidement. LA PORTE DU FOUR NE DOIT PAS ÊTRE OUVERTE DURANT LA PREMIÈRE HEURE, EN RAISON DU RISQUE D'INFLAMMATION DES GAZ COMBUSTIBLES.

Au bout de 1 h, ouvrir la porte du four légèrement de façon à obtenir un courant d'air suffisant pour oxyder le carbone. Poursuivre le chauffage jusqu'à ce que tout le carbone ait été oxydé et jusqu'à l'obtention de cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir dans le dessiccateur à la température ambiante et les peser à 0,001 g près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four, à  $550 \pm 25^\circ\text{C}$  durant 30 min environ, retirer du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser à 0,001 g près. Cette masse ne doit pas s'écarter de la masse précédente de plus de 0,001 g dans le cas de caoutchoucs

bruts, ou de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres pour les mélanges et les vulcanisats. Si cette condition n'est pas remplie, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives respecte cette condition.

#### NOTES

1 Étant donné que la porte du four doit être fermée rapidement et maintenue fermée après insertion du creuset, dans le cas où l'on procède à plus d'une détermination, il convient de placer les creusets sur un chevalet ou un plateau. Tous les creusets pourront ainsi être introduits dans le four en une seule opération.

2 Si les cendres arrivent à plus de 3 mm du bord du creuset, la détermination doit être abandonnée. L'essai doit être recommencé en utilisant soit une prise d'essai plus petite, soit un creuset plus grand. D'autre part, la méthode A peut être adoptée à la place de la méthode B.

3 Dans le cas de caoutchoucs bruts, les pesées doivent être effectuées à 0,000 1 g près.

### 7.3 Méthode C

Chauffer le creuset (4.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (4.5) maintenu à  $950 \pm 25$  °C, durant 30 min environ. Retirer le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante et le peser à 0,001 g près. Prélever une prise d'essai de 1 à 5 g environ de mélange ou de vulcanisat, et la peser à 0,001 g près. Verser 3,5 ml environ de l'acide sulfurique concentré (chapitre 5) sur la prise d'essai de façon que le caoutchouc soit complètement imprégné. Insérer le creuset dans le trou de la plaque d'amiante (4.2) et chauffer doucement à l'aide du brûleur (4.3). Si, au cours de la réaction initiale, le mélange gonfle d'une façon excessive, retirer alors la flamme afin d'éviter une perte possible de produit.

Lorsque la réaction se ralentit, augmenter le chauffage du brûleur jusqu'à ce que l'excès d'acide sulfurique soit volatilisé et que le mélange forme un résidu charbonneux sec. Transférer le creuset et son contenu dans le four à moufle, maintenu à  $950 \pm 25$  °C, et les chauffer durant 1 h environ pour oxyder tout le carbone et obtenir des cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir

dir dans le dessiccateur à la température ambiante et les peser à 0,001 g près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four, à  $950 \pm 25$  °C durant 30 min environ, retirer du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser à 0,001 g près.

Si cette masse s'écarte de la masse précédente de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 % de la quantité de cendres.

### 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les cendres, exprimées en pourcentage en masse, sont données par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset vide;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset et des cendres.

### 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous les détails nécessaires à l'identification complète du prélèvement ou de l'échantillon;
- la référence de la présente Norme internationale;
- la méthode utilisée — méthode A, méthode B ou méthode C;
- la température adoptée et la raison pour laquelle elle a été retenue; si la température de  $950$  °C a été adoptée pour la méthode A;
- le taux de cendres du produit, en pourcentage en masse;
- la date de l'essai.

