

NORME
INTERNATIONALE

ISO
247

Troisième édition
1990-11-15

**Caoutchouc — Détermination du taux de
cendres**

Rubber — Determination of ash
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cbf8b8e-6fd5-4e77-baba-4b2ff61cb05a/iso-247-1990>



Numéro de référence
ISO 247 : 1990 (F)

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 247 : 1978), qui contenait trois méthodes de détermination au lieu de deux méthodes.

Caoutchouc — Détermination du taux de cendres

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination du taux de 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 La méthode A ne doit pas être utilisée pour la détermination du taux de cendres des caoutchoucs en mélange ou vulcanisés contenant du chlore, du brome ou de l'iode.

1.3 La méthode B doit être utilisée pour les caoutchoucs en mélange ou vulcanisés contenant du chlore, du brome ou de l'iode. Elle ne doit pas être utilisée pour les caoutchoucs qui ne sont pas en mélange.

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

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

2 Références normatives

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 248 : 1979, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 1629 : 1987, *Caoutchouc et latex — Nomenclature.*

ISO 1796 : 1982, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons.*

3 Principe

3.1 Méthode A

Une prise d'essai pesée dans un creuset est chauffée sur un brûleur à gaz. Après élimination de tous les produits de décomposition volatils, le creuset est transféré dans un four à moufle où il est chauffé jusqu'à ce que toutes les matières carbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

3.2 Méthode B

Une prise d'essai pesée dans un creuset est chauffée, en présence d'acide sulfurique, sur un brûleur à gaz. Le creuset est transféré dans un four à moufle où il est chauffé jusqu'à ce que toutes les matières carbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

4 Réactif

Acide sulfurique (pour la méthode B uniquement), de qualité analytique, ρ 1,84 g/cm³.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset, en porcelaine, en silice ou en platine, d'environ 50 cm³ de capacité. Pour les caoutchoucs synthétiques bruts, on peut utiliser un creuset ayant une capacité minimale de 25 cm³ par gramme de prise d'essai.

5.2 Plaque résistante à la chaleur et isolante thermique, de forme carrée, de 100 mm de côté et d'environ 5 mm d'épaisseur. Un trou doit être ménagé en son centre pour servir de support au creuset (5.1). Les deux tiers environ du creuset doivent dépasser en dessous de la plaque.

5.3 Bec Bunsen, ou brûleur à gaz d'un type similaire.

5.4 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 $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ et à $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ est nécessaire.

6 Préparation de la prise d'essai

6.1 Les prises d'essai de caoutchouc naturel brut doivent être prélevées dans la pièce homogénéisée préparée conformément à 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 conformément à l'ISO 248.

6.2 Les prises d'essai de caoutchoucs en mélange doivent être réduites en petits morceaux, à la main.

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

6.4 On doit s'assurer que les prises d'essai de caoutchoucs en mélange et de vulcanisats soient bien représentatives de l'échantillon.

7 Mode opératoire

7.1 Méthode A

Chauffer le creuset (5.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (5.4) maintenu à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, durant environ 30 min. Retirer le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante et le peser à 0,1 mg près. Prélever une prise d'essai d'environ 5 g de caoutchouc brut ou de 1 g à 5 g de caoutchouc en mélange ou de vulcanisat, selon la masse de cendres présumée, et la peser à 0,1 mg près. Placer la prise d'essai dans le creuset inséré dans le trou de la plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement (5.2). Chauffer doucement le creuset à l'aide du brûleur (5.3) sous une hotte bien ventilée, 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 $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ (voir cependant la note), 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 0,1 mg près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four, à $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ (ou $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ — voir la note) durant environ 30 min, retirer du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser à 0,1 mg près. Cette masse ne doit pas s'écarter de la masse précédente de plus de 1 mg dans le cas de caoutchoucs bruts, ou de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres pour les caoutchoucs en mélange 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.

NOTE — Dans le cas de caoutchoucs en mélange et de vulcanisats, on peut adopter une température de $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

7.2 Méthode B

Chauffer le creuset (5.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (5.4) maintenu à $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, durant environ 30 min. Retirer le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur à la température ambiante et le peser à 0,1 mg près. Prélever une prise d'essai d'environ 1 g à 5 g de caoutchouc en mélange ou de vulcanisat, et la peser à 0,1 mg près. Placer la prise d'essai dans le creuset et verser environ 3,5 cm³ d'acide sulfurique concentré (article 4) sur la prise d'essai de façon que le caoutchouc soit complètement imprégné. Insérer le creuset dans le trou de la plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement (5.2) et chauffer doucement à l'aide du brûleur (5.3) sous une hotte bien ventilée. 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 $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, et les chauffer durant environ 1 h pour oxyder tout le carbone et obtenir des cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir dans le dessiccateur à la température ambiante et les peser à 0,1 mg près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four, à $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ durant environ 30 min, retirer du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser à 0,1 mg 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

Le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, est donné 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 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) tous détails nécessaires à l'identification complète de la pièce ou de l'échantillon;

b) référence à la présente Norme internationale;

c) méthode utilisée — méthode A ou méthode B;

d) température adoptée et raison pour laquelle elle a été retenue, si la température de 950 °C a été adoptée pour la méthode A;

e) taux de cendres du produit soumis à l'essai, en pourcentage en masse;

f) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cbf8b8e-6fd5-4e77-baba-4b2ff61cb05a/iso-247-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cbf8b8e-6fd5-4e77-baba-4b2ff61cb05a/iso-247-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cbf8b8e-6fd5-4e77-baba-4b2ff61cb05a/iso-247-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0cbf8b8e-6fd5-4e77-baba-4b2ff61cb05a/iso-247-1990>

CDU 678.4.01 : 543.822

Descripteurs : caoutchouc, méthode par combustion, dosage des cendres.

Prix basé sur 3 pages
