

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Détermination de la surface par  
adsorption d'azote (NSA) et de la surface  
par épaisseur statistique (STSA) par  
méthode multipoints**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubber compounding ingredients — Determination of multipoint  
nitrogen surface area (NSA) and statistical thickness surface area  
(STSA)*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 18852:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>



**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 18852:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>

© ISO 2005

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

**Sommaire**

Page

Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	2
4 <b>Appareillage</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	3
6 <b>Préparation et étalonnage de l'appareil volumétrique statique</b> .....	3
7 <b>Préparation de l'appareillage</b> .....	5
8 <b>Mode opératoire de mesure</b> .....	5
9 <b>Calcul de la surface d'azote</b> .....	6
10 <b>Détermination de la surface par l'épaisseur statistique (STSA)</b> .....	7
11 <b>Fidélité et biais</b> .....	8
12 <b>Rapport d'essai</b> .....	11

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

[ISO 18852:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>

## 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 18852 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 18852:2005  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Détermination de la surface par adsorption d'azote (NSA) et de la surface par épaisseur statistique (STSA) par méthode multipoints

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente norme n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la surface des noirs de carbone et autres ingrédients de mélange du caoutchouc, comme les silices et les oxydes de zinc, par adsorption d'azote (NSA), sur la base de la théorie de l'adsorption de gaz de Brunauer, Emmett et Teller (BET) utilisant des déterminations en plusieurs points de mesure. Cette méthode d'essai spécifie la préparation et le traitement des échantillons, l'étalonnage de l'instrument, l'exactitude et la fidélité exigées des données expérimentales et le calcul de la surface à partir des données obtenues. Elle spécifie aussi une méthode pour déterminer la surface par l'épaisseur statistique (STSA), aussi connue comme la surface externe.

La méthode d'essai spécifiée utilise un appareil volumétrique statique à vide, automatisé, qui calcule la surface à l'aide de la théorie BET fondée sur un mesurage monocouche.

Cette méthode d'essai peut aussi être utilisée pour vérifier les modes opératoires à un point de mesure décrits dans l'ISO 4652-1 et d'autres normes.

Les instruments automatisés décrits dans ces normes effectuent tous les calculs nécessaires, y compris celui de la surface sur la base de l'épaisseur statistique. Cependant, les modes opératoires de détermination automatique du point de mesure utilisés ne sont pas applicables pour la méthode STSA.

**NOTE** Des instruments automatisés fondés sur un flux continu de mélange de gaz contenant de l'azote et de l'hélium en proportions variables existent aussi. Aussi bons soient-ils, il est fortement recommandé de vérifier leur exactitude de mesure par la normalisation des résultats obtenus à partir d'instruments de type statique à vide.

## 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 4652-1:1994, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — Partie 1: Modes opératoires à un point de mesure*

ISO 5794-1:2005, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut*

ISO 9298:1995, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Oxyde de zinc — Méthodes d'essai*

### 3 Principe

Une prise d'essai de noir de carbone, de silice, d'oxyde de zinc, etc., est placée dans une cellule de volume connu puis dégazée. À l'aide de l'équation des gaz parfaits, le volume d'azote exigé pour obtenir une pression relative prédéterminée est calculé et dosé dans la cellule. Tout azote supplémentaire nécessaire pour obtenir cette pression relative est dû à l'adsorption par la prise d'essai. Les quantités d'azote adsorbées aux différentes pressions relatives sont ensuite utilisées pour calculer la surface spécifique.

Pour l'analyse des différents matériaux précités, les conditions de dégazage suivantes s'appliquent:

Matériau	Température °C	Durée minimale h	Référence
Noir de carbone	300 ± 10	0,5	ISO 4652-1:1994 3.6.1.2; 4.4; 5.5.6; 6.7.4 et 6.7.5
Silice hydratée	155 ± 5	1,0	ISO 5794-1:2005 Annexe D, D.4.3
Oxyde de zinc (type A ou B) <sup>a</sup>	300 ± 10	0,5	
Oxyde de zinc (type C) <sup>a</sup>	155 ± 5	1,0	ISO 5794-1:2005 Annexe D, D.4.3

<sup>a</sup> Les différentes qualités d'oxyde de zinc sont énumérées dans l'Annexe D, Tableau D.1, de l'ISO 9298:1995.

## iTeh STANDARD PREVIEW

Dans la description de la méthode ci-après, les conditions indiquées pour le dégazage sont celles relatives au noir de carbone et celles indiquées dans le tableau doivent leur être substituées pour les silices ou les oxydes de zinc.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54d4cf2f-4b08-4223-84f6-6abfe2fe5dd7/iso-18852-2005>

### 4 Appareillage

**4.1 Analyseur de surface d'azote, appareil statique à vide automatisé de mesure du volume en plusieurs points**, avec système à vide, vases de Dewar et tous les autres accessoires nécessaires à son fonctionnement.

Les instruments disponibles commercialement sont de deux types: ceux où la surface du tube à essais vide est déterminée avant l'analyse de la prise d'essai, ce qui permet des corrections pour le comportement non idéal du gaz et la prise en compte des facteurs de correction du tube à essais; et ceux ayant un tube de référence, sur lequel des mesures sont effectuées parallèlement à celles du tube à essais, ce qui permet d'éviter de calculer des corrections de ce type.

De plus, ces deux types d'instruments peuvent utiliser une procédure différente pour déterminer leurs points de mesure:

Procédure A: Les points peuvent être obtenus par un dosage entièrement automatique des volumes de gaz injectés, les paramètres d'équilibration de la pression étant choisis par l'opérateur. Le nombre de points de mesure peut ainsi dépendre de ces paramètres.

Procédure B: Il est possible de prédéfinir un nombre limité de points (en général 5 ou 10) à des valeurs spécifiques de la pression relative  $p/p_0$ . La procédure d'équilibration cherchera à s'approcher le plus possible de ces valeurs, qui pourront alors être choisies équidistantes.

Indépendamment de leur mode d'acquisition, pour le calcul de la droite de régression, les points de mesure seront choisis à l'intérieur de la plage des pressions relatives  $p/p_0$  définie ci-après. Toutefois, les résultats peuvent être différents pour une seule et même prise d'essai, lorsque l'acquisition des données a été réalisée selon des procédures d'équilibration différentes. Comme la méthode A est plus exacte, elle doit être utilisée pour normaliser toutes les autres méthodes.

**4.2 Cellules d'adsorption**, qui, lorsqu'elles sont fixées à l'appareil d'adsorption, maintiennent la pression en deça de 1,35 mPa (10 mmHg).

**4.3 Vacuomètre de McLeod**, ou instrument équivalent permettant de mesurer la pression dans le vide poussé.

**4.4 Manomètre ou transducteur de pression**, ayant une exactitude de lecture de  $\pm 0,25\%$  ou  $\pm 70$  Pa ( $\pm 0,5$  mmHg), couvrant la plage 0 kPa à 135 kPa (0 mmHg à 1 000 mmHg).

**4.5 Petites fioles de verre avec bouchons** (environ 30 cm<sup>3</sup>) pour les échantillons séchés à l'étuve.

**4.6 Balance analytique**, de sensibilité 0,1 mg.

**4.7 Manchon thermique ou station de dégazage**, capable de maintenir une température de 300 °C  $\pm$  10 °C.

**4.8 Appareil volumétrique d'étalonnage**, composé d'un réservoir en verre (ou en métal résistant à la corrosion) cylindrique ou sphérique, de volume intérieur compris entre 75 cm<sup>3</sup> et 500 cm<sup>3</sup>, avec vanne ou robinet d'arrêt et adaptateur de porte-échantillon relié au raccord d'adsorption de gaz.

## 5 Réactifs

**5.1** Des produits chimiques de qualité reconnue, conformes aux normes spécifiées ou recommandées pour les produits chimiques de laboratoire, doivent être utilisés dans tous les essais.

**5.2 Eau**, distillée ou de pureté équivalente.

**5.3 Azote liquide**, de pureté 98 % ou supérieure.

**5.4 Azote gazeux ultra-pur**, en bouteille commerciale, ou toute autre source d'azote gazeux purifié.

**5.5 Hélium gazeux ultra-pur**, en bouteille commerciale, ou toute autre source d'hélium gazeux purifié.

**5.6 Graisse à rodage en vide élevé**.

## 6 Préparation et étalonnage de l'appareil volumétrique statique

**6.1** Ce mode opératoire doit être appliqué pour l'étalonnage initial, puis périodiquement à titre de mesure de maîtrise de la qualité, et à la suite de réparations ou d'ajustements. Si un appareil commercial est utilisé, consulter le manuel de l'utilisateur pour des instructions spécifiques concernant la réalisation des opérations qui suivent.

**6.2** Fixer le vacuomètre et le manomètre ou transducteur de pression (4.3 et 4.4) à l'appareil et mettre ce dernier sous vide, ainsi que le collecteur et tous les capteurs internes de pression et de dépression, jusqu'à 2,7 Pa (20  $\mu$ mHg) ou moins.

**6.3** Vérifier que le(les) capteur(s) interne(s) de dépression effectuent correctement les lectures et que le (les) capteur(s) interne(s) de pression effectuent correctement les lectures au voisinage d'une pression zéro, en fonction des limites prévues de résolution et de stabilité. S'il y a lieu, procéder aux ajustements.

**6.4** Fermer l'admission de vide et laisser entrer l'azote gazeux jusqu'à obtenir une pression de 100 kPa  $\pm$  1 % (750 mmHg  $\pm$  7,5 mmHg). Vérifier que les capteurs de pression donnent une lecture de la pression exacte à  $\pm 0,25\%$  près. S'il y a lieu, procéder aux ajustements.

**6.5** Nettoyer et sécher entièrement une cellule d'adsorption vide (4.2). La relier à l'appareil et mettre sous vide jusqu'à 2,7 Pa (20 µmHg). Appliquer un manchon thermique à 300 °C et continuer la mise sous vide pendant au moins 1 h jusqu'à ce que la vitesse d'augmentation de la pression après fermeture temporaire de l'admission de vide soit inférieure à 0,4 Pa (3 µmHg) par minute.

**6.6** Effectuer une «analyse à blanc» sur cette cellule vide et propre à des pressions relatives  $p/p_0$  égales à 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 et 0,25. Utiliser pour les calculs un  $p_0$  de 101,325 kPa (760 mmHg) et une «masse de prise d'essai» de 1 g.

**6.7** Examiner la valeur moyenne des «quantités adsorbées» obtenues. Idéalement, il convient qu'elle soit nulle. Des erreurs dépassant 0,25 cm<sup>3</sup> standard sont inacceptables. Seules des erreurs inférieures à 0,125 cm<sup>3</sup> standard sont acceptables, un des résultats à double pouvant aller jusqu'à 0,25 cm<sup>3</sup> standard. Un profil d'erreur parabolique par rapport à la pression peut indiquer un échec à corriger correctement un comportement non idéal ou des problèmes de linéarité du transducteur de pression. Un profil d'erreur linéaire indique l'échec à mesurer correctement le gaz non adsorbé ou à en tenir compte (erreur due à l'espace libre). Une variation irrégulière des points de mesure indique la présence de fuites ou des mesurages perturbés.

**6.8** Déterminer le volume interne du réservoir volumétrique d'étalonnage (4.8) sous la vanne ou le robinet d'arrêt en établissant la différence de masse entre l'état vide et l'état entièrement rempli avec de l'eau distillée (5.2). Mesurer la température de l'eau et apporter la correction pour la masse volumique de l'eau afin d'obtenir le volume exact d'eau contenue. Il peut s'avérer nécessaire d'immerger le dispositif dans de l'eau bouillante pour s'assurer d'un remplissage et d'un dégazage complets. Répéter le mode opératoire jusqu'à obtenir un volume d'étalonnage connu avec une exactitude supérieure à 0,1 %. Vider le réservoir d'étalonnage et le laisser sécher entièrement jusqu'au lendemain dans l'étuve à vide à 70 °C ± 5 °C.

**6.9** Relier le réservoir volumétrique étalonné à un porte-échantillon de l'appareil d'adsorption de gaz, ouvrir la vanne ou le robinet d'arrêt et mettre sous vide jusqu'à obtenir une pression inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg). Poursuivre ensuite cette opération pendant une heure. Fermer l'admission de vide et noter tout accroissement éventuel de pression. La pression doit rester inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg), avec une vitesse d'augmentation inférieure à 0,04 Pa (0,3 µmHg) par minute. Lorsque ces valeurs sont atteintes, fermer la vanne ou le robinet d'arrêt pour contenir le vide dans le réservoir d'étalonnage.

**6.10** Laisser en place le réservoir d'étalonnage fermé et sous vide. Placer autour un vase de Dewar (ou autre conteneur isolant), puis verser et tasser de la glace mouillée et écrasée dans le vase. Placer un couvercle isolant sur la glace. Commencer une analyse à des pressions relatives  $p/p_0$  égales à 0,025, 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 et 0,25. Utiliser pour les calculs une masse de 1 g et un  $p_0$  de 101,325 kPa (760 mmHg).

À l'obtention du point à  $p/p_0 = 0,25$ , ouvrez la vanne ou le robinet d'arrêt du réservoir (4.8) et terminer l'analyse.

**6.10** Examiner les «volumes adsorbés». Idéalement, le premier point de mesure à  $p/p_0 = 0,025$  devrait indiquer une quantité nulle. Il convient que tous les autres points soient dans les ± 1 % du volume de gaz  $V$ , calculé à l'aide de l'équation suivante:

$$V = \left( \frac{p}{101,325} \right) V_R = \left( \frac{p}{p_0} \right) \left( \frac{p_0}{101,325} \right) V_R$$

où

$p$  et  $p_0$  sont exprimés en kPa;

$p/p_0$  est la pression relative à laquelle le point était réellement à l'équilibre;

$V_R$  est le volume interne du réservoir (4.8) (tel que déterminé en 6.8).

**6.12** La réussite de cette série d'essais indique que l'appareil satisfait aux exigences fondamentales d'adsorption en termes de niveau adéquat de vide, de compensation des erreurs dues à l'espace libre, de linéarité et d'exactitude de la mesure de l'azote gazeux.

## 7 Préparation de l'appareillage

**7.1** Relier une cellule d'adsorption sèche (4.2) à la station de dégazage de l'appareil (4.1) et chauffer à 300 °C avec le manchon thermique (4.7) pendant 0,5 h à une pression inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg), ou maintenir sous flux d'azote (insérer une baguette de verre dans la tige de la cellule d'adsorption afin d'améliorer la fidélité de l'essai).

**7.2** Retirer le manchon thermique, laisser refroidir la cellule d'adsorption à température ambiante, puis procéder au remplissage gazeux, de préférence avec de l'hélium (5.5) ou de l'azote (5.4) à la pression atmosphérique. Déconnecter la cellule d'adsorption de la station de dégazage, lui mettre un bouchon, la peser à 0,1 mg près et enregistrer la masse  $m_1$ .

**7.3** Peser dans la cellule une prise d'essai du matériau à soumettre à l'essai, de sorte que la cellule contienne une quantité de matériau équivalente à 20 m<sup>2</sup> à 50 m<sup>2</sup> de surface. Nettoyer la tige de la cellule avec un écouvillon. Une baguette de verre peut être placée dans la tige de la cellule d'adsorption pour ajuster le volume sous vide de cette dernière.

**7.4** Relier la cellule d'adsorption à la station de dégazage et ouvrir le robinet de dépression.

**7.5** Placer le manchon thermique (4.7) autour de la cellule d'adsorption et dégazer la prise d'essai comme indiqué dans le tableau figurant dans l'Article 3. Pour obtenir et maintenir une pression inférieure à 1,35 Pa (10 µmHg), vérifier périodiquement le vide avec un vacuomètre de McLeod ou un instrument comparable (4.3). Le dégazage sous flux d'azote est également possible.

NOTE La durée du dégazage peut varier significativement d'un échantillon à l'autre et il est recommandé de se donner une marge raisonnable de temps supplémentaire.

**7.6** Retirer le manchon thermique et laisser refroidir la cellule d'adsorption à température ambiante. Procéder au remplissage de la cellule d'adsorption avec de l'hélium ou de l'azote à la pression atmosphérique (le même gaz que celui utilisé en 7.2), déconnecter la cellule de la station de dégazage, lui mettre un bouchon, peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse  $m_2$ .

NOTE Il est important d'utiliser le même gaz pour peser la cellule d'adsorption vide et contenant le matériau. Un usage inconsidéré de l'hélium peut introduire une erreur de pesage d'environ 1 mg par cm<sup>3</sup> de cellule.

**7.7** Calculer la masse de la prise d'essai du matériau comme suit:

$$m_0 = m_2 - m_1$$

où

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

$m_2$  est la masse de la cellule d'adsorption, de la baguette de verre, du bouchon et de la prise d'essai (voir 7.6);

$m_1$  est la masse de la cellule d'adsorption, de la baguette de verre et du bouchon (voir 7.2).

## 8 Mode opératoire de mesure

**8.1** Comme la plupart des opérations sont automatisées, il est important de connaître parfaitement les modes opératoires et d'observer à la lettre les modes d'emploi.

**8.2** Déterminer la pression de saturation du bain d'azote liquide. Cette pression ( $p_0$ ) est affectée par la pureté de l'azote liquide et par la pression ambiante. Prendre simplement pour hypothèse une pression  $p_0$  égale à 2 kPa au-dessus de la pression barométrique n'est pas suffisant, car les impuretés dissoutes dans l'azote liquide provoquent en général une augmentation de la température du bain, avec augmentation corrélative de la pression de saturation de 1,4 kPa à 2,7 kPa (10 mmHg à 20 mmHg).