
**Caoutchouc — Détermination du taux de
cendres**

Rubber — Determination of ash

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>



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 247:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>

© ISO 2006

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

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 247 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 247:1990), dont elle constitue une révision afin de mettre à jour les références normatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>

Caoutchouc — Détermination du taux de cendres

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie 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 bruts, en mélange ou vulcanisés, des groupes M, N, O, R et U décrits dans l'ISO 1629, à l'exception que

- 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,
- 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,
- les composés de lithium et de fluor peuvent réagir avec les creusets en silice pour former des composés volatils, donnant des résultats plus faibles de taux de cendres, donc des creusets en platine doivent être utilisés pour la calcination des caoutchoucs polymérisés contenant du lithium et du fluor.

La présente Norme internationale ne couvre pas l'interprétation des résultats du taux de cendre en tant que teneur en matières chimiques inorganiques d'un mélange ou d'un vulcanisat. Cela est du ressort de l'analyste, qui doit avoir connaissance du comportement des additifs présents dans le caoutchouc aux températures élevées.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>

Les deux méthodes de calcination ne donnent pas des résultats identiques dans tous les cas, et il est nécessaire de noter dans le rapport d'essai la méthode de calcination employée.

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 248, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles*

ISO 1629, *Caoutchouc et latex — Nomenclature*

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

3 Principe

3.1 Méthode A

Une prise d'essai pesée est chauffée dans un creuset 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 charbonneuses soient calcinées et qu'une masse constante soit obtenue.

3.2 Méthode B

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

4 Réactif

4.1 Acide sulfurique (pour la Méthode B uniquement), de qualité analytique, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, plus:

5.1 Creuset, en porcelaine, en silice ou en platine, d'une capacité d'environ 50 cm^3 . Pour les caoutchoucs synthétiques bruts, il est permis d'utiliser un creuset ayant une capacité minimale de 25 cm^3 par gramme de prise d'essai.

5.2 Plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement, de forme carrée, de 100 mm de côté et d'environ 5 mm d'épaisseur avec un trou ménagé en son centre pour supporter le creuset (5.1). Les deux tiers environ du creuset doivent dépasser au-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. (Cela peut être réalisé en réglant l'ouverture de la porte.) Un dispositif de contrôle de la température est nécessaire pour maintenir la température à $550 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$ ou à $950 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$.

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 1795. Les prises d'essai de caoutchoucs synthétiques 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, le laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur 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 à température ambiante dans le dessiccateur et les peser à 0,1 mg près. Ensuite, chauffer de nouveau le creuset et son contenu 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 à température ambiante 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 utiliser 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 à température ambiante dans un dessiccateur 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 $3,5\text{ cm}^3$ d'acide sulfurique concentré (4.1) sur la prise d'essai, de façon que le caoutchouc soit complètement imprégné. Placer le creuset et son contenu 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.

ISO 247:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66->

Lorsque la réaction ralentit, augmenter le chauffage du brûleur jusqu'à ce que l'excès 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 à température ambiante dans le dessiccateur 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 à température ambiante 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

Les taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

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

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 les détails nécessaires à l'identification complète de la pièce ou de l'échantillon;
- b) une référence à la présente Norme internationale (l'ISO 247:2006);
- c) la méthode utilisée — Méthode A ou Méthode B;
- d) la température utilisée et la raison de son choix si 950 ° a été adoptée pour la méthode A;
- e) le taux de cendres du produit soumis à essai, en pourcentage en masse;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 247:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 247:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dcce8bc5-50a5-4f2c-ae66-8dedf3a3a51d/iso-247-2006>