
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Produits chimiques organiques —
Méthodes d'essai générales**

*Rubber compounding ingredients — Organic chemicals — General test
methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 28641:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-
3da9734b2ea6/iso-28641-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010)



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 28641:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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 Abréviations	2
4 Exigences générales	2
4.1 Thermomètre	2
4.2 Dessiccateur	2
5 Échantillonnage	2
5.1 Appareillage	2
5.2 Méthode d'échantillonnage	2
6 Séchage de l'échantillon	2
6.1 Généralités	2
6.2 Méthodes de séchage pour les ingrédients de mélange liquides	3
6.3 Méthodes de séchage pour les ingrédients de mélange solides	4
7 Méthodes d'essai	4
7.1 Densité relative	4
7.2 Perte à la chaleur	9
7.3 Résidu par tamisage	11
7.4 pH de l'extrait aqueux	13
7.5 Point de fusion	15
7.6 Point de solidification	18
7.7 Point de ramollissement	21
7.8 Masse volumique apparente du matériau	23
7.9 Taux de cendres	25
7.10 Indice de réfraction	26
Annexe A (informative) Exemples d'appareillage d'échantillonnage	30
Annexe B (informative) Exemples d'appareillage de séchage approprié	32
Annexe C (normative) Vérification de l'exactitude d'un pH-mètre	35
Annexe D (normative) Étalonnage du pH-mètre	39
Annexe E (informative) Fidélité	41
Bibliographie	48

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 28641 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 28641:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Produits chimiques organiques — Méthodes d'essai générales

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'échantillonnage et d'essai relatives à la détermination des caractéristiques générales des produits chimiques organiques, tels que les accélérateurs, les agents protecteurs (y compris la cire) et les agents vulcanisants (à l'exclusion des peroxydes).

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 649-1, *Verrerie de laboratoire — Aréomètres à masse volumique d'usage général — Partie 1: Spécifications*

ISO 649-2:1981, *Verrerie de laboratoire — Aréomètres à masse volumique d'usage général — Partie 2: Méthodes d'essai et d'utilisation*

ISO 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*

ISO 976:1996, *Caoutchouc et plastiques — Dispersions de polymères et latex de caoutchouc — Détermination du pH*

ISO 1770, *Thermomètres sur tige d'usage général*

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 3838, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides ou solides — Détermination de la masse volumique ou de la densité — Méthodes du pycnomètre à bouchon capillaire et du pycnomètre bicapillaire gradué*

ISO 4625-1, *Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement — Partie 1: Méthode de l'anneau et de la bille*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 6472, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Abréviations*

ISO 11235:1999, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs de type sulfénamide — Méthodes d'essai*

ISO 11236:2000, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Antidéggradants du type p-phénylènediamine (PPD) — Méthodes d'essai*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

ISO 80000-1:2009, *Grandeurs et unités — Partie 1: Généralités*

3 Abréviations

Les abréviations des noms chimiques des agents protecteurs et des accélérateurs organiques utilisés dans la présente Norme internationale sont en conformité avec l'ISO 6472.

4 Exigences générales

4.1 Thermomètre

Lorsqu'un thermomètre est utilisé, il doit s'agir d'un thermomètre sur tige satisfaisant aux exigences de l'ISO 1770 et qui doit être choisi en fonction de l'usage prévu. Il doit être étalonné avec un thermomètre étalon avant d'être utilisé.

4.2 Dessiccateur

Lorsqu'un dessiccateur est utilisé, la diminution de pression dans le dessiccateur ne doit pas être supérieure à 2,0 kPa, sauf spécification contraire.

5 Échantillonnage

5.1 Appareillage

L'appareillage utilisé pour l'échantillonnage (voir Annexe A) doit être approprié pour chaque méthode d'essai.

5.2 Méthode d'échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 15528.

Pour garantir l'homogénéité, mélanger soigneusement au moins 250 g de l'échantillon avant de prélever toute prise d'essai.

6 Séchage de l'échantillon

6.1 Généralités

La méthode de séchage utilisée dépend de la nature de l'échantillon. Choisir une méthode appropriée parmi celles spécifiées en 6.2 et 6.3. La méthode choisie ne doit pas avoir d'effet néfaste sur l'échantillon.

6.2 Méthodes de séchage pour les ingrédients de mélange liquides

6.2.1 Appareillage

6.2.1.1 Dessiccateur sous vide (voir Figure B.1), capable de supporter la pression réduite spécifiée.

6.2.1.2 Appareillage de séchage des échantillons liquides par passage d'un gaz sec à travers le liquide en ébullition (voir Figure B.2), constitué d'un ballon muni d'un réfrigérant à reflux, d'une tubulure d'entrée de gaz sec et d'un bain chauffant. Un tube déshydratant est installé entre la pompe à vide et le sommet du réfrigérant.

6.2.1.3 Appareillage de séchage des échantillons liquides par passage d'un gaz sec à travers le liquide à température ambiante (voir Figure B.3), constitué d'un ballon muni d'une tubulure d'entrée de gaz sec. Le sommet du réfrigérant est relié à une pompe à vide. Un tube déshydratant est installé entre la pompe à vide et le sommet du réfrigérant.

6.2.2 Méthode utilisant un dessiccateur

Lorsque le séchage est effectué sous une pression ordinaire, sécher l'échantillon dans un dessiccateur contenant un déshydratant approprié jusqu'à ce que la masse de l'échantillon devienne constante, c'est-à-dire laisser sécher par périodes de 30 min jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon, sauf spécification contraire, entre deux pesées successives soit inférieure à 3 mg.

Lorsque le séchage est effectué sous une pression réduite, sécher l'échantillon dans un dessiccateur sous vide (6.2.1.1) contenant un déshydratant approprié, sous une pression réduite inférieure ou égale à 2,0 kPa jusqu'à ce que la masse de l'échantillon devienne constante, c'est-à-dire laisser sécher par périodes de 30 min jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon, sauf spécification contraire, entre deux pesées successives soit inférieure à 3 mg.

NOTE Le chlorure de calcium anhydre, le sulfate de sodium anhydre, le carbonate de potassium anhydre, l'oxyde de calcium, l'oxyde d'aluminium, l'hydroxyde de potassium anhydre fondu, l'hydroxyde de sodium anhydre fondu et le gel de silice sont des exemples de déshydratants appropriés. L'anhydride phosphorique, l'acide sulfurique concentré et le sodium métallique peuvent également être utilisés.

6.2.3 Méthode utilisant un gaz sec

Utiliser l'appareillage décrit en 6.2.1.2 pour le séchage de l'échantillon par passage d'un gaz sec à travers l'échantillon en ébullition.

Utiliser l'appareillage décrit en 6.2.1.3 pour le séchage de l'échantillon à température ambiante.

Sécher l'échantillon jusqu'à ce que la teneur en eau soit inférieure à 0,05 %, telle que déterminée par la méthode la plus appropriée de l'ISO 760 (Karl Fischer).

NOTE L'air, l'azote et le dioxyde de carbone sont généralement utilisés comme gaz de séchage.

6.2.4 Méthode utilisant un déshydratant ajouté à l'échantillon

Introduire un déshydratant approprié dans l'échantillon et bien le disperser en secouant. Tout en maintenant le déshydratant en suspension, filtrer ensuite l'échantillon sur un papier filtre sec.

NOTE Voir la Note en 6.2.2.

6.2.5 Méthode utilisant un solvant (convient aux liquides visqueux)

Dissoudre l'échantillon dans un solvant approprié et ajouter un déshydratant approprié à la solution. Disperser le déshydratant en secouant, puis filtrer la suspension sur un papier filtre sec. Éliminer le solvant restant dans l'échantillon par distillation ou simple évaporation.

6.3 Méthodes de séchage pour les ingrédients de mélange solides

6.3.1 Appareillage

6.3.1.1 Étuve de séchage sous vide ou à pression atmosphérique.

6.3.1.2 Appareillage de séchage des échantillons solides par passage d'un gaz sec à travers l'échantillon fondu (voir Figure B.4), constitué d'un ballon muni d'une tubulure d'entrée de gaz sec et d'une sortie de gaz raccordée à une pompe à vide. Un tube déshydratant est installé entre la pompe à vide et la sortie de gaz. Un bain chauffant approprié est nécessaire.

6.3.1.3 Appareillage de séchage des échantillons solides par passage d'un gaz sec à travers l'échantillon à température ambiante (voir Figure B.5), comportant un flacon cylindrique muni d'une plaque perforée. Une tubulure d'entrée de gaz sec est raccordée au flacon au dessous de la plaque. Une sortie de gaz est installée en haut du flacon et raccordée à une pompe à vide. Un tube déshydratant est installé entre la pompe à vide et la sortie de gaz.

6.3.2 Méthode utilisant un dessiccateur

Effectuer le séchage, soit à pression ordinaire soit à pression réduite, comme décrit en 6.2.2.

6.3.3 Méthode utilisant une étuve de séchage

Sécher l'échantillon dans une étuve de séchage (6.3.1.1), avec ou sans vide, jusqu'à masse constante comme défini en 6.2.2.

6.3.4 Méthode utilisant un gaz sec

Utiliser l'appareillage décrit en 6.3.1.2 pour le séchage de l'échantillon à l'état fondu.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99->

Utiliser l'appareillage décrit en 6.3.1.3 pour le séchage de l'échantillon à température ambiante.

Sécher l'échantillon jusqu'à ce que la teneur en eau soit inférieure à 0,05 %, telle que déterminée par la méthode la plus appropriée de l'ISO 760 (Karl Fischer).

NOTE L'air, l'azote et le dioxyde de carbone sont généralement utilisés comme gaz de séchage.

7 Méthodes d'essai

7.1 Densité relative

7.1.1 Généralités

Choisir une des deux méthodes suivantes pour la détermination de la densité relative, en fonction de la nature du matériau soumis à essai (désigné ci-après en tant que «échantillon»), de la quantité disponible et de l'exactitude requise:

- a) méthode aréométrique (échantillon liquide);
- b) méthode pycnométrique (échantillon liquide ou solide).

NOTE La densité relative est généralement mesurée à 20 °C et exprimée par la densité relative (20 °C/20 °C). Elle représente le rapport de la masse de l'échantillon dans l'air à 20 °C à la masse d'un volume équivalent d'eau dans l'air à la même température.

7.1.2 Méthode aréométrique

7.1.2.1 Appareillage

7.1.2.1.1 Aréomètre, en verre transparent approprié, gradué en densité relative à 20 °C, pouvant mesurer la densité relative à 20 °C sur la plage allant de 0,600 à 2,000 et satisfaisant aux exigences de l'ISO 649-1. L'aréomètre doit être étalonné avant utilisation avec un aréomètre étalon.

7.1.2.1.2 Thermomètre, comme spécifié en 4.1.

7.1.2.1.3 Cylindre creux, en verre, ayant un diamètre intérieur supérieur d'au moins 25 mm au diamètre maximal de l'aréomètre. La hauteur doit être telle que lorsque l'aréomètre s'immobilise, sa base se trouve à au moins 25 mm au-dessus du fond du cylindre.

7.1.2.1.4 Bain-marie à température constante, capable de maintenir une température de $(20 \pm 0,5)$ °C.

7.1.2.2 Mode opératoire

- a) Placer l'échantillon dans le cylindre en évitant l'inclusion de bulles d'air. Maintenir le cylindre dans le bain-marie à température constante. Agiter l'échantillon. Surveiller la température de l'échantillon à l'aide du thermomètre en l'immergeant jusqu'à la marque indiquée.
- b) Conditionner l'aréomètre à $20 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$. Dès que la température de l'échantillon atteint $20 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$, placer lentement l'aréomètre conditionné dans l'échantillon et le laisser s'immobiliser. Enfoncer ensuite l'aréomètre dans l'échantillon d'environ deux divisions et le relâcher.
- c) Lorsque l'aréomètre s'immobilise, sans aucun contact avec la paroi du cylindre, lire la graduation à la moitié de l'intervalle de plus petite graduation.

Pour un échantillon translucide, lire la graduation au point correspondant au plan d'intersection de la surface de l'échantillon et de la tige. Pour ce faire, lever progressivement les yeux depuis une position située juste au-dessous de la surface de l'échantillon et lire la graduation lorsque la surface elliptique de l'échantillon devient rectiligne.

Pour un échantillon opaque, lire la graduation au niveau du sommet du ménisque formé par la surface de l'échantillon et calculer la valeur correspondante au niveau de la base du ménisque en appliquant une correction conformément à l'Article 4 de l'ISO 649-2:1981.

- d) Enregistrer le résultat.

NOTE Il n'est pas nécessaire de faire une correction quand un aréomètre avec une graduation conçue pour être lue au niveau du sommet du ménisque est utilisé.

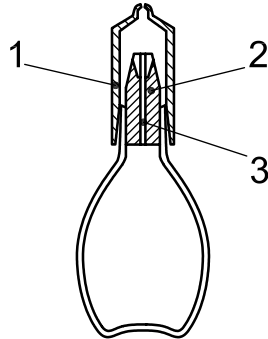
7.1.3 Méthode pycnométrique

7.1.3.1 Généralités

Deux modes opératoires sont spécifiés: un pour les échantillons liquides et un pour les échantillons en poudre.

7.1.3.2 Appareillage

7.1.3.2.1 **Pycnomètre de Warden** (voir l'ISO 3838), en verre, d'une capacité d'environ 50 cm³, muni d'un bouchon et d'un capuchon dépoli, comme représenté à la Figure 1.



Légende

- 1 capuchon
- 2 bouchon
- 3 capillaire

Figure 1 — Pycnomètre de Warden
iTeh STANDARD PREVIEW

7.1.3.2.2 **Bain-marie à température constante**, capable de maintenir la température du bain à $(20 \pm 0,5)$ °C.

7.1.3.2.3 **Thermomètre**, comme spécifié en 4.1. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010>

7.1.3.2.4 **Balance de laboratoire**, capable de peser à 0,5 mg près.

7.1.3.3 Méthode pour les échantillons liquides

7.1.3.3.1 Mode opératoire

- a) Déterminer la masse du pycnomètre (m_0) à 0,5 mg près. Le remplir d'eau dont la température est légèrement au-dessus de 20 °C. Immerger le pycnomètre jusqu'au cou dans le bain-marie dont la température est maintenue à $(20 \pm 0,5)$ °C.
- b) Lorsque le pycnomètre et son contenu ont atteint la température du bain-marie, insérer le bouchon, qui a également été amené à la température du bain-marie. Sortir le pycnomètre du bain-marie et essuyer le dessus du bouchon, de sorte qu'il soit sec et que le ménisque de l'eau dans le capillaire soit au même niveau que le dessus du bouchon.
- c) Essuyer soigneusement la surface extérieure par exemple à l'aide d'un chiffon propre et sec ou d'un papier pour éliminer toute l'humidité et mettre le capuchon en place.
- d) Déterminer la masse (m_1) à 0,5 mg près.
- e) Vider le pycnomètre et le sécher soigneusement. Puis le remplir complètement avec l'échantillon à une température d'environ 20 °C et l'immerger jusqu'au cou dans le bain-marie maintenu à $(20 \pm 0,5)$ °C.

- f) Lorsque sa température s'est stabilisée, mettre en place le bouchon maintenu à la même température que la bouteille. Essuyer le dessus du bouchon de sorte qu'il soit sec et que le ménisque de l'eau dans le capillaire soit au même niveau que le dessus du bouchon. Sortir le pycnomètre du bain-marie. Essuyer soigneusement sa surface extérieure par exemple à l'aide d'un chiffon propre et sec ou d'un papier pour éliminer toute l'humidité et mettre le capuchon en place.
- g) Déterminer la masse (m_2) à 0,5 mg près.

7.1.3.3.2 Calcul

Calculer la densité relative de l'échantillon liquide à l'aide de l'équation suivante:

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

où

d est la densité relative de l'échantillon (à 20 °C/20 °C);

m_0 est la masse du pycnomètre vide, en grammes;

m_1 est la masse du pycnomètre rempli d'eau, en grammes;

m_2 est la masse du pycnomètre rempli avec l'échantillon, en grammes.

7.1.3.4 Méthode pour les échantillons en poudre

(standards.iteh.ai)

7.1.3.4.1 Mode opératoire

ISO 28641:2010

- a) Déterminer la masse (m_0) du pycnomètre vide et la masse (m_1) du pycnomètre rempli d'eau comme décrit en 7.1.3.3.1 a) à d).
- b) Vider le pycnomètre et le sécher soigneusement. Prélever ensuite une prise d'essai d'environ 4 cm³ de l'échantillon qui a été séché par l'une des méthodes de séchage décrites à l'Article 6 et dont la température a été amenée à environ 20 °C. L'immerger jusqu'au cou dans le bain-marie maintenu à une température de (20 ± 0,5) °C.
- c) Lorsque la température s'est stabilisée, mettre en place le bouchon maintenu à la même température que la bouteille. Sortir ensuite le pycnomètre du bain-marie, essuyer sa surface extérieure par exemple à l'aide d'un chiffon propre et sec ou d'un papier pour éliminer toute l'humidité et mettre le capuchon en place.
- d) Déterminer la masse (m_2) à 0,5 mg près.
- e) Remplir le pycnomètre contenant la prise d'essai avec de l'eau dont la température est proche de 20 °C. L'immerger dans le bain-marie maintenu à une température de (20 ± 0,5) °C. Lorsque sa température s'est stabilisée, déterminer sa masse (m_3) à 0,5 mg près en suivant le même mode opératoire qu'en c) ci-dessus.

Si l'échantillon est soluble dans l'eau, utiliser un autre liquide tel que l'éthanol, le toluène ou le *n*-octane.

7.1.3.4.2 Calcul

Calculer la densité relative de l'échantillon en poudre à l'aide de l'équation suivante:

$$d = \frac{m_2 - m_0}{m_2 + m_1 - m_0 - m_3} \times D$$

où

d est la densité relative de l'échantillon (20 °C/20 °C);

m_0 est la masse du pycnomètre vide, en grammes;

m_1 est la masse du pycnomètre rempli d'eau, en grammes;

m_2 est la masse du pycnomètre avec la prise d'essai, en grammes;

m_3 est la masse du pycnomètre avec la prise d'essai et l'eau, en grammes;

D est la densité relative de l'eau ou du liquide utilisé.

7.1.4 Expression des résultats

Arrondir les résultats conformément à l'Article B.2 de l'ISO 80000-1:2009 avec quatre décimales.

7.1.5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-7b9916c01641-2010>

- a) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) la référence de la présente Norme internationale;
- c) la méthode d'essai utilisée (7.1.2 ou 7.1.3);
- d) la température d'essai (20 °C);
- e) la taille de la prise d'essai;
- f) la température et l'humidité du laboratoire;
- g) le résultat d'essai;
- h) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ainsi que tout détail inhabituel noté au cours de la détermination;
- i) la date de l'essai.

7.2 Perte à la chaleur

7.2.1 Généralités

Utiliser l'une des deux méthodes suivantes:

- méthode A, dans laquelle la perte de masse de l'échantillon chauffé à 70 °C est considérée comme la perte à la chaleur;
- méthode B, dans laquelle les conditions de chauffage (température, durée) sont choisies à partir des Tableaux 1 et 2 et la perte de masse de l'échantillon chauffé dans ces conditions est considérée comme la perte à la chaleur.

7.2.2 Méthode A

La méthode A est celle spécifiée à l'Article 7 de l'ISO 11235:1999 et à l'Article 10 de l'ISO 11236:2000.

7.2.3 Méthode B

7.2.3.1 Appareillage

7.2.3.1.1 Vase à peser, de forme basse, de 30 mm de haut et 60 mm de diamètre, muni d'un bouchon en verre rodé.

7.2.3.1.2 Étuve de séchage, capable de maintenir une température choisie dans l'intervalle de 35 °C à 110 °C à ± 2 °C.

7.2.3.1.3 Balance de laboratoire, capable de peser à 0,1 mg près.

7.2.3.1.4 Dessiccateur

ISO 28641:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010>

7.2.3.2 Mode opératoire

- a) Sécher le vase à peser propre et son bouchon dans l'étuve de séchage. Les laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans le dessiccateur. Peser le vase à peser muni de son bouchon à 0,1 mg près. Enregistrer la masse (m_1).
- b) Prélever une prise d'essai de 3 g à 5 g de l'échantillon et la placer dans le vase à peser. Mettre en place le bouchon et peser l'ensemble à 0,1 mg près. Enregistrer la masse (m_2).
- c) Placer le vase à peser dans l'étuve de séchage. Retirer le bouchon et le placer à côté du vase. Chauffer dans les conditions spécifiées dans le Tableau 1 (pour les accélérateurs) ou le Tableau 2 (pour les agents protecteurs). Après le chauffage, transférer le bouchon et le vase à peser dans le dessiccateur et les laisser reposer jusqu'à ce qu'ils atteignent l'équilibre à température ambiante. Peser le bouchon et le vase à peser à 0,1 mg près. Enregistrer la masse (m_3).
- d) Répéter le mode opératoire a) à c) pour obtenir un deuxième résultat.

Tableau 1 — Température et durée de chauffage (accélérateurs)

Accélérateur	Température °C	Durée h	Accélérateur	Température °C	Durée h		
BA	100 ± 2	2	CMBT ^a	55 ± 2	3		
DPG			CBS				
DOTG			TBBS				
MBT			DCBS				
MBTS			TETD				
ZMBT			DPTH				
ZDMC			DPTT				
ZDEC			ZDBC				
CuDMC			TeDEC				
ZEPC			DETU				
FeDMC ^b			DBTU				
ETU			TMU ^c			50 ± 2	3
MBSS			DIBS				
TMTM							
TMTD							
BQD							
DBQD							

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0059af73-fe6d-49c2-9e99-3da9734b2ea6/iso-28641-2010>

^a Sel de 2-mercaptobenzothiazole.

^b Diméthylthiocarbamate ferrique.

^c Triméthylthiourée.

Tableau 2— Température et durée de chauffage (agents protecteurs)

Agent protecteur	Température °C	Durée h	Agent protecteur	Température °C	Durée h
ADPA	100 ± 2	2	ETMQ	75 ± 2	2
SPH			AANA		
MBI			PAN		
ZMBI			OPDA	70 ± 2	2
o-MBp24			SPDA		
p-BBp14			DCD ^a		
p-TBp14			TMQ		
DBHQ			50 ± 2	3	NDBC
DAHQ	MBMTB				

^a 4,4'-dicumyldiphénylamine.

7.2.4 Calcul

Calculer la perte à la chaleur à l'aide de l'équation suivante:

$$w_V = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

w_V est la perte à la chaleur, en pourcentage;

m_1 est la masse du vase à peser et du bouchon, en grammes;

m_2 est la masse du vase à peser, du bouchon et de la prise d'essai avant le chauffage, en grammes;

m_3 est la masse du vase à peser, du bouchon et de la prise d'essai après le chauffage, en grammes.

7.2.5 Expression des résultats

Arrondir les résultats conformément à l'Article B.2 de l'ISO 80000-1:2009 avec une décimale.

7.2.6 Fidélité

Voir l'Article E.1.

7.2.7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) la référence de la présente Norme internationale;
- c) la méthode d'essai utilisée (A ou B);
- d) les conditions de chauffage (température et durée);
- e) la température et l'humidité du laboratoire;
- f) la masse de la prise d'essai;
- g) les résultats d'essai (valeurs individuelles et valeur moyenne);
- h) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ainsi que tout détail inhabituel noté au cours de la détermination;
- i) la date de l'essai.

7.3 Résidu par tamisage

7.3.1 Généralités

Le résidu par tamisage doit être déterminé par une méthode par voie humide. Cette méthode convient pour les poudres ayant une taille de particules inférieure ou égale à 150 µm. Néanmoins, lorsque l'échantillon est dissous ou gonflé par l'eau (ou par l'éthanol ou l'éther diéthylique, qui sont également utilisés pour la détermination), l'essai doit être effectué en utilisant d'autres liquides qui n'altèrent pas l'échantillon.