

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Noir de carbone — Détermination des  
matières extractibles par les solvants**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of  
solvent-extractable material*

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

[ISO 6209:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-  
ec5f02628b83/iso-6209-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)



**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 6209:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Solvant d'extraction</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage et matériel</b> .....	<b>2</b>
<b>5.1</b> <b>Appareil extracteur</b> .....	<b>2</b>
<b>5.2</b> <b>Autres appareils et matériel</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Fidélité de la méthode d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6209:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009>

## 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 6209 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*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 6209:1988) qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-635f02628b83/iso-6209-2009>

Les principales modifications sont les suivantes:

- la durée d'extraction a été réduite à 8 h (au lieu de 16 h);
- des données relatives à la fidélité ont été ajoutées (voir Annexe A).

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination des matières extractibles par les solvants

**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.

Les noirs de carbone peuvent renfermer des hydrocarbures aromatiques polycycliques dont certains sont des carcinogènes connus. Ces mélanges, lorsqu'ils sont présents, sont si fortement liés au noir de carbone qu'ils ne sont pas actifs biologiquement. Ils peuvent toutefois être éliminés par le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale. Il convient de veiller à éviter tout contact avec la peau des extraits par solvant provenant de ces noirs de carbone.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination quantitative des matières extractibles par les solvants du noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc. Cette méthode s'applique à tous les types de noir de carbone.

[ISO 6209:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

## 2 Références normatives

[ec5f02628b83/iso-6209-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/798072c6-7aa1-4109-ab3b-ec5f02628b83/iso-6209-2009)

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 1124, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Procédures d'échantillonnage sur des livraisons de noir de carbone*

ISO 1126:2006, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur*

## 3 Principe

Une prise d'essai est extraite avec un solvant durant 8 h. Le solvant est ensuite éliminé par évaporation et l'extrait obtenu est pesé.

**NOTE** Si le noir de carbone contient des matières extractibles qui sont volatiles à la température nécessaire pour éliminer le solvant, ou des matières qui sont éliminées par le séchage préliminaire, ces matières ne seront pas détectées par le mode opératoire spécifié.

Cet essai fournit une méthode uniforme et précise de détermination gravimétrique des matières extractibles par des solvants organiques du noir de carbone. L'exactitude et la fidélité sont acceptables pour la plupart des besoins liés aux spécifications techniques ou à la réglementation ou aux deux. Cependant, le noir de carbone présentant un très faible extrait (inférieur à 0,02 %) peut nécessiter un mode opératoire d'extraction plus rigoureux.

## 4 Solvant d'extraction

Le solvant utilisé doit être de qualité analytique reconnue. L'utilisation de toluène est recommandée car il s'agit du solvant choisi dans la majorité des réglementations en matière d'alimentarité.

## 5 Appareillage et matériel

### 5.1 Appareil extracteur

Utiliser l'un des dispositifs suivants.

**5.1.1 Appareil extracteur de type 1**, constitué d'un flacon récepteur de 150 cm<sup>3</sup>, d'un extracteur de Soxhlet calorifugé et d'un réfrigérant comme représenté à la Figure 1. La nacelle d'extraction a une capacité comprise entre 15 cm<sup>3</sup> et 30 cm<sup>3</sup>.

**5.1.2 Appareil extracteur de type 2**, constitué d'un flacon récepteur de 500 cm<sup>3</sup>, d'un réfrigérant et d'une nacelle d'extraction suspendue à deux crochets situés sur le réfrigérant par des fils métalliques propres, comme représenté à la Figure 2. La nacelle d'extraction a une capacité comprise entre 15 cm<sup>3</sup> et 30 cm<sup>3</sup>.

### 5.2 Autres appareils et matériel

**5.2.1 Cartouches d'extraction**, de 15 cm<sup>3</sup> à 30 cm<sup>3</sup> de capacité, de porosité assez fine pour retenir le noir de carbone. Elles peuvent être réalisées en papier sans graisse, en cellulose ou en alundum et doivent être de taille appropriée pour s'adapter à la nacelle d'extraction. Les cartouches doivent être extraites par le solvant et séchées avant utilisation.

**5.2.2 Colonne de distillation et réfrigérant ou évaporateur rotatif.**

**5.2.3 Étuve à convection commandée par gravité**, pouvant maintenir des températures de 70 °C ± 5 °C pour le séchage de l'extrait et de 125 °C ± 5 °C pour le séchage du noir de carbone avant extraction.

**5.2.4 Ouate**, sans graisse, ou **laine de verre**, lavée au solvant et séchée.

**5.2.5 Balance analytique**, ayant une précision de 0,1 mg.

**5.2.6 Dispositif chauffant**, adapté à l'appareil extracteur (5.1).

**5.2.7 Dessiccateur.**

## 6 Échantillonnage

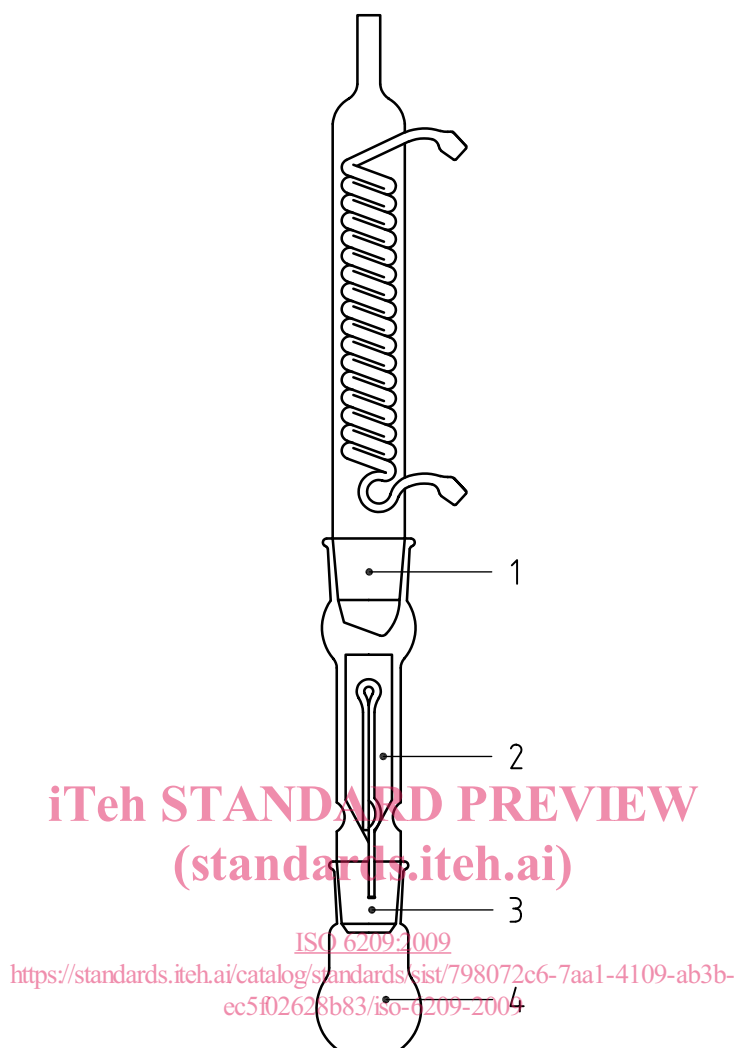
Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 1124.

Écraser tous les noirs de carbone pour détruire la structure en granulés avant séchage.

Sécher environ 20 g de l'échantillon de noir de carbone pendant 1 h à une température de 125 °C ± 5 °C dans l'étuve (5.2.3) comme spécifié dans l'ISO 1126:2006, méthode 1. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur (5.2.7). Laisser l'échantillon sec dans le dessiccateur jusqu'au moment de l'essai.

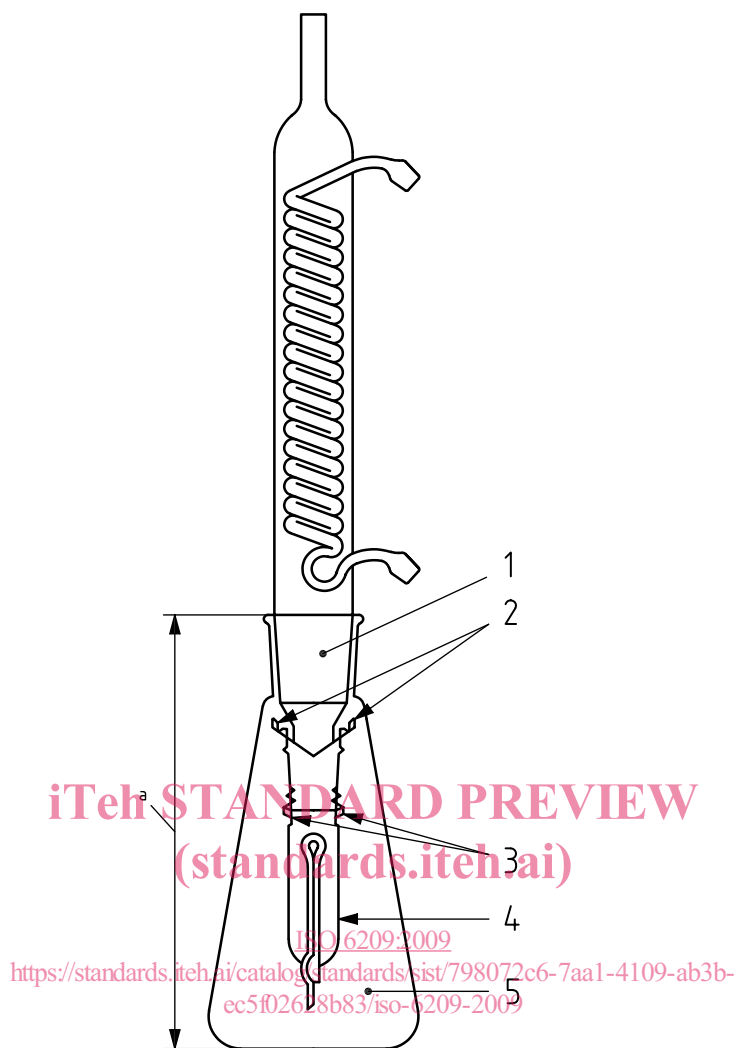
Le noir de carbone ne doit pas être séché à une température plus élevée que celle spécifiée, ni séché au moyen de lampes à infrarouge, car une partie des matières extractibles risquerait de s'évaporer et de fausser les résultats.

Prélever deux prises d'essai sur cet échantillon séché.

**Légende**

- 1 joint 34/35
- 2 nacelle d'extraction (capacité 15 cm<sup>3</sup> à 30 cm<sup>3</sup>)
- 3 joint 24/29
- 4 flacon récepteur (capacité 150 cm<sup>3</sup>)

**Figure 1 — Appareil extracteur de type 1**



**Légende**

- 1 joint 34/35
- 2 deux crochets
- 3 deux trous pratiqués dans la nacelle d'extraction
- 4 nacelle d'extraction (capacité 15 cm<sup>3</sup> à 30 cm<sup>3</sup>)
- 5 flacon récepteur (capacité 500 cm<sup>3</sup>)

<sup>a</sup> 170 mm nominal.

**Figure 2 — Appareil extracteur de type 2**



## 7 Mode opératoire

**7.1** Prélever une prise d'essai d'environ 10 g de l'échantillon préparé, la placer dans une cartouche (5.2.1) tarée, puis peser de nouveau à 0,1 mg près pour obtenir la masse de noir de carbone. Boucher l'ouverture avec de la ouate ou de la laine de verre (5.2.4).

Pour les noirs de carbone à faible teneur en matières extractibles (inférieure à 0,02 %, par exemple), la prise d'essai peut être augmentée à 20 g.

**7.2** Peser le flacon récepteur (voir 5.1), propre et sec, à 0,1 mg près, puis y verser 100 cm<sup>3</sup> de solvant (Article 4).

**7.3** Mettre la cartouche d'extraction contenant la prise d'essai dans la nacelle d'extraction, assembler l'appareil (5.1) et ajuster la vitesse de chauffage du dispositif chauffant (5.2.6), de manière que le solvant distillé remplisse la nacelle d'extraction environ 10 fois par heure.

Effectuer l'extraction durant 8 h à 8,5 h.

**7.4** Arrêter le chauffage, laisser refroidir l'appareil, puis retirer la nacelle d'extraction et jeter la cartouche.

**7.5** Retirer le flacon récepteur, installer la colonne de distillation et le réfrigérant (5.2.2) et chasser par distillation la majeure partie du solvant dans un récipient approprié, en ne gardant pas plus de 5 cm<sup>3</sup> dans le flacon récepteur. Un évaporateur rotatif peut également être utilisé pour éliminer le solvant.

Jeter le solvant distillé.

**7.6** Laisser refroidir l'appareil, puis séparer le flacon récepteur qui désormais contient l'extrait concentré. Éliminer la majeure partie du solvant résiduel en faisant passer un léger courant d'air propre et sec dans le flacon.

**7.7** Sécher le flacon et son contenu pendant 2 h à  $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  dans l'étuve (5.2.3), laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur (5.2.7) et peser à 0,1 mg près.

**7.8** Effectuer un essai à blanc, en utilisant la même quantité de solvant et le même type d'appareil extracteur que ceux utilisés pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

**7.9** Effectuer deux déterminations.

## 8 Expression des résultats

La matière extractible par les solvants, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule:

$$\frac{(m_2 - m_1) - \Delta m}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 7.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du flacon récepteur vide (voir 7.2);

$m_2$  est la masse, en grammes, du flacon récepteur avec l'extrait, après séchage (voir 7.7);

$\Delta m$  est l'augmentation de masse, en grammes, du flacon récepteur dans l'essai à blanc (voir 7.8).