
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Noir de carbone — Détermination de la
distribution de la taille des agrégats à la
dispersion ultime**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
the aggregate-size distribution at ultimate dispersion*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16176:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-
d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/TS 16176:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 Signification et utilisation	1
4 Termes et définitions	1
5 Appareillage	3
6 Réactifs	4
7 Échantillonnage	4
8 Préparation de la dispersion de noir de carbone	5
9 Installation de l'ordinateur et du logiciel	5
10 Mode opératoire	5
11 Fidélité	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Déclaration de fidélité	7
Bibliographie	9

[ISO/TS 16176:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011>

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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 16176 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*.

La présente Spécification technique spécifie une nouvelle méthode d'essai pour déterminer la distribution de la taille des agrégats au stade de dispersion ultime. Un programme d'essais interlaboratoires (ITP) a été mené, mais du fait qu'un nombre insuffisant de laboratoires disposait de l'équipement nécessaire, les résultats n'ont pas pu être utilisés pour valider la méthode. C'est pour cette raison que l'ISO/TC 45/SC 3 a décidé de publier le document sous la forme d'une Spécification technique. Lorsqu'un nombre suffisant de laboratoires disposera de l'équipement, un ITP sera organisé et, en supposant que le résultat soit satisfaisant, la Spécification technique sera convertie en une Norme internationale.

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la distribution de la taille des agrégats à la dispersion ultime

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode de détermination de la distribution de la taille des agrégats de noir de carbone dispersés dans un liquide au moyen d'un agitateur à ultrasons grande puissance. Les mesurages sont réalisés avec un photosédimentomètre centrifuge à disque. Cette technique est basée sur le comportement hydrodynamique du noir de carbone dans un champ centrifuge. La détermination de la distribution de la taille des agrégats est importante pour l'évaluation du noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc.

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d81ff1aa0f9e/iso-ts-16176-2011>

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

3 Signification et utilisation

La photosédimentométrie centrifuge à disque produit une distribution rapide par différence de masse des tailles d'agrégats, en mesurant en continu la turbidité de la solution en fonction du temps de centrifugation. Afin d'obtenir une véritable distribution en masse, une légère correction de dispersion lumineuse doit être appliquée.

4 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

4.1

agrégat de noir de carbone

entité colloïdale distincte et rigide qui est la plus petite unité dispersible dans une suspension

NOTE Il est composé de particules largement fusionnées.

4.2
solution de sédimentation
liquide inerte injecté dans le disque du photosédimentomètre centrifuge à disque avant l'échantillon, par l'intermédiaire duquel les agrégats se déposent

NOTE Dans la plupart des cas, des conditions alcalines réduisent au minimum l'agglomération des agrégats dispersés.

4.3
solution de dispersion
liquide dans lequel les agrégats sont dispersés

4.4
équation de Stokes
description mathématique de la sédimentation d'une particule sphérique:

$$D_{st} = \sqrt{\frac{1,8 \times 10^{16} \eta \ln\left(\frac{R}{S}\right)}{(\rho_1 - \rho_2) \omega^2 t}}$$

où

- D_{st} est le diamètre de Stokes (nm);
 η est la viscosité de la solution de sédimentation (Pa·s);
 R est la distance du photodétecteur par rapport au centre de rotation (cm);
 S est la distance de l'interface air-liquide par rapport au centre de rotation (cm);
 t est le temps de centrifugation (s); [ISO/TS 16176:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d160938e-7e91-42b4-9fa9-d811faa09c/iso-ts-16176-2011)
 ρ_1 est la masse volumique du noir de carbone (mg/m^3);
 ρ_2 est la masse volumique de la solution de sédimentation (mg/m^3);
 ω est la vitesse de rotation (rad/s).

NOTE $1,86 \times 10^9 \text{ mg/m}^3$ est souvent utilisé comme valeur type pour la masse volumique du noir de carbone, ρ_1 .

4.5
diamètre de Stokes
 D_{st}
diamètre d'une sphère qui se dépose dans un milieu visqueux dans un champ centrifuge ou gravitationnel conformément à l'équation de Stokes

NOTE 1 Un objet non-sphérique, tel qu'un agrégat de noir de carbone, peut également être représenté en termes d'un diamètre de Stokes équivalent s'il est considéré se comportant comme une sphère lisse et rigide de même masse volumique et avec le même taux de sédimentation que l'objet.

NOTE 2 Pour le noir de carbone, le diamètre de Stokes est exprimé en nanomètres (nm).

4.6
diamètre modal de Stokes
 d_{mode}
valeur à laquelle l'occurrence la plus fréquente de diamètres est observée, qui est décrite comme un pic dans la courbe de distribution

NOTE Dans certains cas, il est possible d'observer plus d'un pic.

4.7**diamètre moyen de Stokes** d_w

valeur x du point sur la courbe de distribution de masse qui correspond à la moyenne en masse de la distribution

5 Appareillage

5.1 Photosédimentomètre centrifuge à disque (DCP)¹⁾, capable de vitesses de rotation de 1 000 r/min à 10 000 r/min ou supérieures, avec commande de rétroaction intégrale de rotation (exactitude et stabilité meilleure que $\pm 0,05$ %), volume de la solution de sédimentation de 10 cm³ à 20 cm³, température de la solution de sédimentation stable, stroboscope pour surveiller le disque rotatif en termes de stabilité et d'anomalies d'écoulement, et un appareil de mesure optique de turbidité approprié.

5.2 Sonde de type sonificateur²⁾, de puissance 750 W.

5.2.1 Cela s'est avéré un moyen efficace de disperser les matériaux en agrégats distincts. Une sonde avec une pointe de 13 mm de diamètre est recommandée.

5.2.2 Pour déterminer la durée de sonication optimale, sonifier un noir de référence de l'industrie (ITRB)³⁾. Une désagglomération suffisante du noir de référence donnera un pic à 72 nm \pm 5 nm dans la distribution de la taille des agrégats. Faire varier la durée de sonication et le réglage de l'amplitude de la sonde jusqu'à l'obtention de cette valeur. Utiliser les mêmes conditions pour l'analyse des échantillons de noir de carbone. Répéter ce mode opératoire chaque fois que la pointe de la sonde est remplacée.

NOTE Pour une sonde de type sonificateur de puissance 750 W, une désintégration ultrasonique pendant 10 min à 60 % du réglage d'amplitude est normalement suffisante.

5.2.3 Les pointes du sonificateur se dégradent avec le temps, il est donc recommandé

- de soumettre à essai un matériau de référence (par exemple ITRB) avant les essais d'échantillons réels;
- de changer la pointe si le diamètre modal de Stokes dépasse de plus de 5 nm les valeurs obtenues précédemment.

5.3 Balance analytique, capable de peser à 0,1 mg près.

5.4 Bécher, 50 cm³ de forme haute.

5.5 Deux fioles jaugées de 1 000 cm³, dont l'une munie d'un dispenseur de 100 cm³.

5.6 Seringues, 1 cm³, 2 cm³ et 20 cm³.

1) L'appareil BI-DCP Particle Sizer, disponible auprès de Brookhaven Instruments Corporation, 750 Blue Point Rd., Holtsville, NY 11742, États-Unis, est un exemple d'appareil qui a été jugé acceptable. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné. D'autres appareils peuvent être utilisés à condition qu'ils répondent aux exigences spécifiées.

2) L'appareil Model Vibra Cell 75043 Probe Sonicator, disponible auprès de Sonics, est un exemple d'appareil approprié. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné. Un autre appareil peut être utilisé à condition qu'il réponde aux exigences spécifiées.

3) L'ITRB est disponible auprès de Balentine Enterprises, Inc., 227 Somerset St., Borger, TX 79007, États-Unis. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.7 pH-mètre.

5.8 Bain de glace.

6 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue⁴).

6.1 **Eau**, distillée ou déionisée, qualité 3 comme défini dans l'ISO 3696.

6.2 **Éthanol**, absolu.

6.3 **Agent tensio-actif**, de type non ionique⁵), solution à 0,02 % à 0,05 % (en masse).

6.4 **Dodécane**, pureté 98 % (en masse) (qualité CG).

6.5 **Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M**.

6.6 **Solution de sédimentation**, préparée de la façon suivante.

Dans une fiole jaugée de 1 l, introduire environ 0,5 g d'agent tensio-actif pesé à 0,1 mg près.

Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée ou déionisée et homogénéiser.

Utiliser un pH-mètre pour vérifier que le pH est compris entre 9 et 10.

Si ce n'est pas le cas, ajuster le pH avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M.

6.7 **Solution de dispersion**, préparée de la façon suivante.

Dans une fiole jaugée de 1 l, introduire environ 0,5 g d'agent tensio-actif pesé à 0,1 mg près.

Compléter au trait de jauge avec un mélange eau distillée ou déionisée/éthanol (80/20 en volume) et homogénéiser.

Utiliser un pH-mètre pour vérifier que le pH est compris entre 9 et 10.

Si ce n'est pas le cas, ajuster le pH avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M.

7 Échantillonnage

Choisir, de façon aléatoire, des échantillons de noir de carbone à partir de lots les plus grands possibles, sous forme pelletisée ou non-pelletisée, conformément à l'ISO 1124. Étiqueter les échantillons pour analyse ou pour stockage et analyse ultérieure.

4) Voir *Reagent Chemicals: American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington DC, États-Unis. Pour des suggestions concernant les essais des réactifs non répertoriés par la American Chemical Society, voir *Reagent Chemicals and Standards*, Joseph Rosin, D. Van Nostrand Co., Inc., New York, NY, États-Unis, et la *United States Pharmacopoeia*.

5) Le Nonidet P-40, de Shell Chemicals, s'est révélé approprié pour cette méthode d'essai. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Tout autre agent tensio-actif de type non ionique équivalent peut être utilisé.

8 Préparation de la dispersion de noir de carbone

Peser environ 10 mg de noir de carbone dans un bécher de forme haute de 50 cm³. Certains logiciels ne peuvent pas traiter des valeurs élevées de turbidité. Dans de tels cas, utiliser de plus petits échantillons pour essai.

Placer le bécher dans un bain de glace pour empêcher tout réchauffement.

À l'aide d'un dispenseur de 100 cm³, ajouter 50 cm³ de solution de dispersion (6.7).

Introduire la sonde de type sonificateur dans le bécher.

Disperser le noir de carbone par énergie ultrasonique pendant la durée déterminée en 5.2.2.

9 Installation de l'ordinateur et du logiciel

Entrer les paramètres appropriés, y compris un nom de fichier, l'identification de l'échantillon pour essai, la température, la masse volumique et la viscosité de la dispersion de noir de carbone, le volume de la solution de sédimentation et la vitesse de rotation du disque. Les paramètres réels qu'il faudra entrer et l'ordre dans lequel ils sont entrés dépendront du logiciel particulier utilisé.

Des corrections de dispersion lumineuse appropriées au noir de carbone doivent être appliquées. Le logiciel pour y parvenir est disponible auprès de Brookhaven Instruments⁶⁾.

10 Mode opératoire

10.1 La vitesse de rotation du disque est choisie de façon à être adaptée à la surface spécifique du noir de carbone analysé. La régler de façon que l'amplitude de variation du signal de sortie soit supérieure à 50 min pour garantir une résolution satisfaisante.

Commencer à préparer la dispersion de noir de carbone comme spécifié à l'Article 8. Pendant que la dispersion de noir de carbone est préparée, après environ 6 min de dispersion ultrasonique, procéder comme suit.

À l'aide d'une seringue de 2 cm³, injecter 1,5 cm³ d'éthanol absolu dans le disque alors qu'il est à l'arrêt. Démarrer la rotation du disque.

À l'aide d'une seringue de 20 cm³, injecter 15 cm³ de la solution de sédimentation.

À l'aide d'une seringue de 1 cm³, injecter environ 0,1 cm³ de dodécane.

NOTE Le dodécane est ajouté pour éviter une rupture du gradient de la taille des agrégats.

À l'aide d'une seringue de 1 cm³, injecter environ 0,25 cm³ de la dispersion de noir de carbone dans le disque et démarrer immédiatement l'acquisition des données. Au même moment, noter la température de l'appareil.

À la fin de l'analyse, noter de nouveau la température de l'appareil. Entrer la moyenne des températures au début et à la fin du mesurage dans l'unité d'acquisition des données.

10.2 Les données acquises sont automatiquement stockées. Pour le calcul des résultats, d'abord définir manuellement la ligne de base. Prendre le niveau indiqué par le logiciel pour définir la première borne de la ligne de base. Positionner la deuxième borne à un plateau d'environ 5 min. Se référer au manuel de l'utilisateur pour plus d'informations.

6) Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Spécification technique et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce logiciel.