
NORME INTERNATIONALE 1408

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la teneur en noir de carbone — Méthode pyrolytique

Vulcanized rubber — Determination of carbon black content — Pyrolytic method

Première édition — 1976-10-15

CDU 678.4/.7.063 : 543.824.4

Réf. n° : ISO 1408-1976 (F)

Descripteurs : caoutchouc vulcanisé, caoutchouc naturel, caoutchouc synthétique, analyse chimique, dosage, noir de carbone, méthode pyrolytique.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

Avant 1972, les résultats des travaux des comités techniques étaient publiés comme recommandations ISO; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1408-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1408-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1408 :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Nouvelle-Zélande
Allemagne	France	Pays-Bas
Australie	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Brésil	Iran	Suède
Canada	Israël	Suisse
Corée, Rép. dém. p. de	Italie	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Tchécoslovaquie*

- * Ultérieurement, ce comité membre l'a approuvée.

Aucun comité membre n'a désapprouvé la transformation de la recommandation en Norme internationale.

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la teneur en noir de carbone — Méthode pyrolytique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode pyrolytique de détermination de la teneur en noir de carbone des vulcanisats des polymères suivants :

Caoutchouc naturel
Polyisoprène synthétique
Polybutadiène
Caoutchouc butadiène-styrène
Caoutchouc butyle
Caoutchouc acrylique
Copolymère d'éthylène-propylène
Terpolymère d'éthylène-propylène

Cette méthode n'est pas applicable aux vulcanisats des polymères contenant des halogènes ou de l'azote, ni à ceux contenant des additifs, tels que les sels de plomb ou des résines phénoliques, qui donnent un résidu carboné à l'issue de la pyrolyse.

La précision de la méthode peut être affectée par la présence de charges minérales dissociables aux températures de l'essai pyrolytique.

2 RÉFÉRENCE

ISO 1407, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait aux solvants.*

3 PRINCIPE

Extraction d'une prise d'essai du caoutchouc avec de l'acétone, puis, en cas de présence de bitume, avec du chloroforme. Pyrolyse du caoutchouc extrait dans une nacelle à combustion, à une température de 800 à 900 °C, sous courant d'azote. Refroidissement et pesée de la nacelle contenant le résidu non volatil. Brûlage du noir de carbone dans un four à moufle. Refroidissement et nouvelle pesée de la nacelle et de son contenu. La perte de masse représente le noir de carbone.

4 RÉACTIFS

4.1 Azote, sec et exempt d'oxygène.

NOTE — Une purification supplémentaire de l'azote commercial, vendu comme « exempt d'oxygène », peut être nécessaire.

4.2 Xylène.

4.3 Acétone, de qualité analytique.

4.4 Chloroforme, de qualité analytique.

5 APPAREILLAGE

5.1 Nacelle à combustion, en silice, de longueur 50 à 60 mm, avec manche.

5.2 Four électrique à tube, réglable de 800 à 900 °C, muni d'un dispositif permettant d'avancer et de reculer la nacelle à combustion. Le tube est muni d'ajutages pour l'admission d'azote et l'évacuation des vapeurs.

5.3 Ensemble pour absorption des vapeurs, comprenant

5.3.1 Absorbeur, pour vapeurs déjà condensées.

5.3.2 Absorbeur à xylène, pour vapeurs non condensées.

5.4 Four à moufle, réglable de 800 à 900 °C.

5.5 Appareil à extraction approprié, conforme aux spécifications de l'ISO 1407.

5.6 Dessiccateur.

6 MODE OPÉRATOIRE

Peser, à 0,000 2 g près, une prise d'essai d'environ 0,1 à 0,2 g, l'envelopper dans un papier filtre et la soumettre à l'extraction avec de l'acétone (4.3), puis, en cas de présence de bitume, avec du chloroforme (4.4) dans l'extracteur (5.5), durant au moins 4 h avec chaque solvant.

NOTE — L'extraction avec le chloroforme est seulement nécessaire en présence de matières incomplètement solubles dans l'acétone, telles que le bitume.

L'extraction peut être facilitée par broyage fin de la prise d'essai avant la pesée. Pour ce faire, la faire passer entre les cylindres d'un malaxeur réglé à son écartement minimal.