
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Détermination de la surface par
adsorption d'azote (NSA) et de la surface
par épaisseur statistique (STSA) par
méthode multipoints**

*Rubber compounding ingredients — Determination of multipoint nitrogen
surface area (NSA) and statistical thickness surface area (STSA)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18852:2012

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-
ee43a9674284/iso-18852-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-ee43a9674284/iso-18852-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 18852:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-ee43a9674284/iso-18852-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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	Principe	1
4	Appareillage	2
5	Réactifs	2
6	Préparation et étalonnage de l'appareil volumétrique statique	3
7	Préparation de l'appareillage	4
8	Mode opératoire de mesure	5
9	Calcul de la surface par adsorption d'azote	6
10	Détermination de la surface par l'épaisseur statistique (STSA)	7
11	Fidélité et biais	8
12	Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Précision et biais		9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18852:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-ee43a9674284/iso-18852-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-ee43a9674284/iso-18852-2012>

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 18852 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 18852:2005), dans laquelle une note a été ajoutée à la fin de l'Article 3, les paragraphes 4.1, 4.3, 7.1, 7.5 et 8.5 ont été modifiés et l'article relatif à la fidélité et au biais (Article 11 de l'ISO 18852:2005) a été déplacé dans une annexe informative.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18852:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5806d468-6c29-4a42-9386-ee43a9674284/iso-18852-2012>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Détermination de la surface par adsorption d'azote (NSA) et de la surface par épaisseur statistique (STSA) par méthode multipoints

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 une méthode pour la détermination de la surface des noirs de carbone et autres ingrédients de mélange du caoutchouc, comme les silices et les oxydes de zinc, par adsorption d'azote (NSA), sur la base de la théorie de l'adsorption de gaz de Brunauer, Emmett et Teller (BET) utilisant des déterminations en plusieurs points de mesure. Cette méthode d'essai spécifie la préparation et le traitement des échantillons, l'étalonnage de l'instrument, l'exactitude et la fidélité exigées des données expérimentales et le calcul de la surface à partir des données obtenues. Elle spécifie aussi une méthode pour déterminer la surface par l'épaisseur statistique (STSA), aussi connue comme la surface externe.

La méthode d'essai spécifiée utilise un appareil volumétrique statique à vide, automatisé, qui calcule la surface à l'aide de la théorie BET fondée sur un mesurage monocouche.

Cette méthode d'essai peut aussi être utilisée pour vérifier les modes opératoires à un point de mesure décrits dans l'ISO 4652-1 et d'autres normes.

ISO 18852:2012

Les instruments automatisés décrits dans ces normes effectuent tous les calculs nécessaires, y compris celui de la surface sur la base de l'épaisseur statistique. Cependant, les modes opératoires de détermination automatique du point de mesure utilisés ne sont pas applicables pour la méthode STSA.

NOTE Des instruments automatisés fondés sur un flux continu de mélange de gaz contenant de l'azote et de l'hélium en proportions variables existent aussi. Aussi bons soient-ils, il est fortement recommandé de vérifier leur exactitude de mesure par la normalisation des résultats obtenus à partir d'instruments de type statique à vide.

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 4652-1:1994, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — Partie 1: Modes opératoires à un point de mesure*

ISO 5794-1:2010, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut*

ISO 9298:1995, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Oxyde de zinc — Méthodes d'essai*

3 Principe

Une prise d'essai de noir de carbone, de silice, d'oxyde de zinc, etc., est placée dans une cellule de volume connu puis dégazée. À l'aide de l'équation des gaz parfaits, le volume d'azote exigé pour obtenir une pression relative prédéterminée est calculé et dosé dans la cellule. Tout azote supplémentaire nécessaire pour obtenir

cette pression relative est dû à l'adsorption par la prise d'essai. Les quantités d'azote adsorbées aux différentes pressions relatives sont ensuite utilisées pour calculer la surface spécifique.

Pour l'analyse des différents matériaux précités, les conditions de dégazage suivantes doivent s'appliquer.

Matériau	Température °C	Durée minimale h	Référence
Noir de carbone	300 ± 10	0,5	ISO 4652-1:1994 3.6.1.2; 4.4; 5.5.6; 6.7.4 et 6.7.5
Silice hydratée	155 ± 5	1,0	ISO 5794-1:2010 Annexe D, D.4.6
Oxyde de zinc (type A ou B) ^a	300 ± 10	0,5	
Oxyde de zinc (type C) ^a	155 ± 5	1,0	ISO 5794-1:2010 Annexe D, D.4.6

^a Les différentes qualités d'oxyde de zinc sont listées dans l'ISO 9298:1995, Annexe D, Tableau D.1.

Dans la méthode décrite ci-après, les conditions indiquées pour le dégazage sont celles relatives au noir de carbone, et sont à remplacer par celles indiquées dans le tableau pour les silices ou les oxydes de zinc.

NOTE Pour une meilleure compréhension de la méthode, se référer à l'ISO 9277, *Détermination de l'aire massique (surface spécifique) des solides par adsorption de gaz — Méthode BET.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Appareillage

4.1 Appareil statique à vide de mesure du volume en plusieurs points automatisé, pour analyse de surface par adsorption d'azote avec système à vide vases de Dewar et tous les autres accessoires nécessaires à son fonctionnement.

4.2 Cellules d'adsorption, qui, lorsqu'elles sont fixées à l'appareil d'adsorption, maintiennent la pression en deçà de 1,35 mPa (10 nmHg).

4.3 Vacuomètre, capable de mesurer la pression d'un vide moyen.

4.4 Manomètre ou transducteur de pression, ayant une exactitude de lecture de ± 0,25 % ou ± 70 Pa (± 0,5 mmHg), couvrant la plage 0 kPa à 135 kPa (0 mmHg à 1 000 mmHg).

4.5 Petites fioles de verre avec bouchons (environ 30 cm³) pour les échantillons séchés à l'étuve.

4.6 Balance analytique, de sensibilité 0,1 mg.

4.7 Manchon thermique ou station de dégazage, capable de maintenir une température de 300 °C ± 10 °C.

4.8 Appareil volumétrique d'étalonnage, composé d'un réservoir en verre (ou en métal résistant à la corrosion) cylindrique ou sphérique, de volume intérieur compris entre 75 cm³ et 500 cm³, avec vanne ou robinet d'arrêt et adaptateur permettant le raccord avec le porte-échantillon de l'appareil d'adsorption de gaz.

5 Réactifs

5.1 Des produits chimiques de qualité reconnue, conformes aux normes spécifiées ou recommandées pour les produits chimiques de laboratoire, doivent être utilisés dans tous les essais.

- 5.2 **Eau**, distillée ou de pureté équivalente.
- 5.3 **Azote liquide**, de pureté 98 % ou supérieure.
- 5.4 **Azote gazeux ultrapur**, en bouteille, ou toute autre source d'azote gazeux appropriée.
- 5.5 **Hélium gazeux ultrapur**, en bouteille, ou toute autre source d'hélium gazeux appropriée.
- 5.6 **Graisse à rodage en vide élevé**.

6 Préparation et étalonnage de l'appareil volumétrique statique

6.1 Le présent mode opératoire doit être appliqué pour l'étalonnage initial, puis périodiquement à titre de mesure de maîtrise de la qualité, et à la suite de réparations ou d'ajustements. Si un appareil commercial est utilisé, consulter le manuel d'utilisation pour des instructions spécifiques concernant la réalisation des opérations qui suivent.

6.2 Fixer le vacuomètre et le manomètre ou transducteur de pression (4.3 et 4.4) à l'appareil et mettre ce dernier sous vide, ainsi que le collecteur et tous les capteurs internes de pression et de dépression, jusqu'à 2,7 Pa (20 µmHg) ou moins.

6.3 Vérifier que le ou les capteur(s) interne(s) de dépression effectue(nt) correctement les lectures et que le ou les capteur(s) interne(s) de pression effectue(nt) correctement les lectures au voisinage d'une pression zéro, en fonction des limites prévues de résolution et de stabilité. S'il y a lieu, procéder aux ajustements.

6.4 Fermer l'admission de vide et laisser entrer l'azote gazeux jusqu'à obtenir une pression de 100 kPa \pm 1 % (750 mmHg \pm 7,5 mmHg). Vérifier que les capteurs de pression donnent une lecture de la pression exacte à \pm 0,25 % près. S'il y a lieu, procéder aux ajustements.

6.5 Nettoyer et sécher entièrement une cellule d'adsorption vide (4.2). La relier à l'appareil et mettre sous vide jusqu'à 2,7 Pa (20 µmHg). Appliquer un manchon thermique à 300 °C et continuer la mise sous vide pendant au moins 1 h jusqu'à ce que la vitesse d'augmentation de la pression après fermeture temporaire de l'admission de vide soit inférieure à 0,4 Pa (3 µmHg) par minute.

6.6 Effectuer une «analyse à blanc» sur cette cellule vide et propre à des pressions relatives égales à 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 et 0,25 p/p_0 . Utiliser pour les calculs une «valeur p_0 » de 101,325 kPa (760 mmHg) et une «masse de prise d'essai» de 1 g.

6.7 Examiner la valeur moyenne des «quantités adsorbées» obtenues. Idéalement, il convient qu'elle soit nulle. Une seule valeur dépassant 0,25 cm³ standard rend le montage inacceptable. En règle générale, seules des valeurs inférieures à 0,125 cm³ standard sont acceptables, un des résultats à double pouvant aller jusqu'à 0,25 cm³ standard. Un profil d'erreur parabolique par rapport à la pression peut indiquer un échec à corriger correctement un comportement non idéal ou des problèmes de linéarité du transducteur de pression. Un profil d'erreur linéaire indique l'échec à mesurer correctement le gaz non adsorbé ou à en tenir compte (erreur due à l'espace libre). Une variation irrégulière des points de mesure indique la présence de fuites ou des mesurages perturbés.

6.8 Déterminer le volume interne du réservoir volumétrique d'étalonnage (4.8) sous la vanne ou le robinet d'arrêt en établissant la différence de masse entre l'état vide et l'état entièrement rempli avec de l'eau distillée (5.2). Mesurer la température de l'eau et apporter la correction pour la masse volumique de l'eau afin d'obtenir le volume exact d'eau contenue. Il peut s'avérer nécessaire d'immerger le dispositif dans de l'eau bouillante pour s'assurer d'un remplissage et d'un dégazage complets. Répéter le mode opératoire jusqu'à obtenir un volume d'étalonnage connu avec une exactitude supérieure à 0,1 %. Vider le réservoir d'étalonnage et le laisser sécher entièrement jusqu'au lendemain dans une étuve à vide à 70 °C \pm 5 °C.

6.9 Relier le réservoir volumétrique étalonné à un porte-échantillon de l'appareil d'adsorption de gaz, ouvrir la vanne ou le robinet d'arrêt et mettre sous vide jusqu'à obtenir une pression inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg). Poursuivre ensuite cette opération pendant 1 h. Fermer l'admission de vide et noter tout accroissement éventuel de pression. La pression doit rester inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg), avec une vitesse d'augmentation inférieure à 0,04 Pa (0,3 µmHg) par minute. Lorsque ces valeurs sont atteintes, fermer la vanne ou le robinet d'arrêt pour maintenir le vide dans le réservoir d'étalonnage.

6.10 Laisser en place le réservoir d'étalonnage fermé et sous vide. Placer autour un vase de Dewar (ou autre conteneur isolant), puis verser et tasser de la glace mouillée et écrasée dans le vase. Placer un couvercle isolant sur la glace. Commencer une analyse à des pressions relatives égales à 0,025, 0,05, 0,10, 0,15, 0,20 et 0,25 p/p_0 . Utiliser pour les calculs une masse de 1 g et un p_0 de 101,325 kPa (760 mmHg).

À l'obtention du point à 0,25 p/p_0 , ouvrir la vanne ou le robinet d'arrêt du réservoir (4.8) et terminer l'analyse.

6.11 Examiner les «volumes adsorbés». Idéalement, il convient que le premier point de mesure à 0,025 p/p_0 indique une quantité nulle. Il convient que tous les autres points soient dans les ± 1 % du volume de gaz V , calculé à l'aide de l'équation suivante:

$$V = \left(\frac{p}{101,325} \right) V_R = \left(\frac{p}{p_0} \right) \left(\frac{p_0}{101,325} \right) V_R$$

où

p et p_0 sont exprimés en kPa;

p/p_0 est la pression relative à laquelle le point était réellement à l'équilibre;

V_R est le volume interne du réservoir (4.8) (tel que déterminé en 6.8).

6.12 La réussite de cette série d'essais indique que l'appareil satisfait aux exigences fondamentales d'adsorption en termes de niveau adéquat de vide, de compensation des erreurs dues à l'espace libre, de linéarité et d'exactitude de la mesure de l'azote gazeux.

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Relier une cellule d'adsorption propre (4.2) à la station de dégazage de l'appareil (4.1) et chauffer à 300 °C avec le manchon thermique (4.7) pendant 0,5 h à une pression inférieure à 2,7 Pa (20 µmHg), ou maintenir sous flux d'azote. Insérer une baguette de verre dans la tige de la cellule d'adsorption, si cela est recommandé par le fabricant de l'appareil, pour réduire le volume mort.

7.2 Retirer le manchon thermique, laisser refroidir la cellule d'adsorption à température ambiante, puis procéder au remplissage gazeux, de préférence avec de l'hélium (5.5) ou de l'azote (5.4) à la pression atmosphérique. Déconnecter la cellule d'adsorption de la station de dégazage, lui mettre un bouchon, la peser à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_1 .

7.3 Peser dans la cellule une prise d'essai du matériau à soumettre à essai, de sorte que la cellule contienne une quantité de matériau équivalente de 20 m² à 50 m² de surface. Nettoyer la tige de la cellule avec un écouvillon. Continuer à utiliser une baguette de verre dans la tige de la cellule d'adsorption, si cela est recommandé par le fabricant de l'appareil.

7.4 Relier la cellule d'adsorption à la station de dégazage et ouvrir le robinet de dépression.

7.5 Placer le manchon thermique (4.7) autour de la cellule d'adsorption et dégazer la prise d'essai comme indiqué dans le tableau figurant dans l'Article 3. Pour obtenir et maintenir une pression inférieure à 1,35 Pa

(10 µmHg), vérifier périodiquement le vide avec le vacuomètre (4.3). Le dégazage sous flux d'azote est également possible.

La durée du dégazage peut varier significativement d'un échantillon à l'autre et il est recommandé de se donner une marge raisonnable de temps supplémentaire.

7.6 Retirer le manchon thermique et laisser refroidir la cellule d'adsorption à température ambiante. Procéder au remplissage de la cellule d'adsorption avec de l'hélium ou de l'azote à la pression atmosphérique (le même gaz que celui utilisé en 7.2), déconnecter la cellule de la station de dégazage, lui mettre un bouchon, peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_2 .

NOTE Il est important d'utiliser le même gaz pour peser la cellule d'adsorption vide et contenant le matériau. Un usage inconsidéré de l'hélium peut introduire une erreur de pesage d'environ 1 mg par cm³ de cellule.

7.7 Calculer la masse de la prise d'essai comme suit:

$$m_0 = m_2 - m_1$$

où

m_0 est la masse de la prise d'essai, en g;

m_2 est la masse de la cellule d'adsorption, de la baguette de verre, du bouchon et de la prise d'essai (voir 7.6);

m_1 est la masse de la cellule d'adsorption, de la baguette de verre et du bouchon (voir 7.2).

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Mode opératoire de mesure

ISO 18852:2012

8.1 Comme la plupart des opérations sont automatisées, il est important de connaître parfaitement les modes opératoires et d'observer à la lettre les modes d'emploi.

8.2 Déterminer la pression de saturation du bain d'azote liquide. Cette pression (p_0) est affectée par la pureté de l'azote liquide et par la pression ambiante. Prendre simplement pour hypothèse une pression p_0 égale à 2 kPa au-dessus de la pression barométrique n'est pas suffisant, car les impuretés dissoutes dans l'azote liquide provoquent en général une augmentation de la température du bain, avec augmentation corrélative de la pression de saturation de 1,4 kPa à 2,7 kPa (10 mmHg à 20 mmHg).

8.3 Relier la cellule d'adsorption contenant la prise d'essai dégazée à l'analyseur de surface.

8.4 Commencer l'expérience. L'instrument effectuera les opérations suivantes:

- un essai d'étanchéité, pour s'assurer de l'absence de fuite dans le raccord entre la cellule d'adsorption et l'instrument après application de la dépression;
- le calcul et la mesure, dans la cellule d'adsorption, des volumes successifs d'azote pur exigés pour atteindre les pressions relatives choisies.

8.5 Il existe deux manières de définir les pressions relatives à utiliser par l'instrument.

a) Mode opératoire A: les pressions relatives, ou le nombre de points de mesure dans une plage de pressions relatives donnée, à utiliser sont choisis par l'opérateur. Le volume adsorbé, V_{ads} , à chacun de ces points de mesure est mesuré pour obtenir l'isotherme d'adsorption (qui est la courbe obtenue en reliant les points représentant ces pressions relatives). Les pressions relatives pour le calcul sont choisies par l'opérateur à partir de cette isotherme d'adsorption.

NOTE Une isotherme d'adsorption avec plus de points de mesure est plus précise, mais nécessite plus de temps pour la mesure.