

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Noir de carbone — Détermination de  
l'indice d'absorption d'huile (OAN)  
et de l'indice d'absorption d'huile  
d'échantillons comprimés (COAN)**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of  
oil absorption number (OAN) and oil absorption number of compressed  
sample (COAN)*

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

[ISO 4656:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-  
cd10fe014fc3/iso-4656-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)



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

[ISO 4656:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Réactifs</b> .....	2
5 <b>Appareillage</b> .....	2
6 <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	3
7 <b>Conditions d'essai</b> .....	3
8 <b>Mode opératoire</b> .....	3
8.1 <b>Vérification de l'absorptiomètre et de la burette à débit constant</b> .....	3
8.2 <b>Étalonnage et normalisation de l'absorptiomètre</b> .....	3
8.3 <b>Prise d'essai</b> .....	4
8.4 <b>Dosage</b> .....	5
9 <b>Expression des résultats</b> .....	5
10 <b>Fidélité et biais</b> .....	6
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	6
<b>Annexe A (normative) Préparation des prises d'essai comprimées</b> .....	7
<b>Annexe B (normative) Vérification et réglage du ressort et de l'amortisseur hydraulique</b> .....	12
<b>Annexe C (normative) Vérification de la burette à débit constant</b> .....	14
<b>Annexe D (informative) Fidélité et biais</b> .....	16
<b>Bibliographie</b> .....	18

## 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 4656 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 4656:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique. Outre un certain nombre de corrections éditoriales mineures, les modifications suivantes ont été faites:

- un avertissement concernant les dangers du phtalate de dibutyle a été ajouté au début de l'Article 4;
- le noir de référence normalisé, SBR D8, a été ajouté dans le Tableau 1;
- en A.3.7, les termes «taille de maille» ont été remplacés par «dimensions nominales des ouvertures»;
- dans l'Annexe A, relative à la préparation des prises d'essai comprimées, A.5.1.2, A.5.1.11, A.5.2.1 et A.5.2.14 ont été réécrits pour spécifier, pour chaque type de noir de carbone, la masse de noir de carbone à prélever pour le mode opératoire de compression et la masse à prélever ultérieurement pour déterminer l'indice d'absorption de l'échantillon comprimé;
- les données de fidélité (précédemment dans l'Article 10) ont été déplacées dans une annexe informative (Annexe D);
- l'ISO/TR 9272:2005 a été déplacé des références normatives vers une bibliographie.

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption d'huile (OAN) et de l'indice d'absorption d'huile d'échantillons comprimés (COAN)

**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

L'indice d'absorption d'huile (OAN) est une mesure de la capacité du noir de carbone à absorber des liquides. Cette propriété est elle-même fonction de la structure du noir de carbone. Le phtalate de dibutyle (DBP) ou l'huile de paraffine peuvent être utilisés avec les qualités de granules de référence, y compris les noirs de carbone de série N spécifiés dans l'ASTM D1765. Cependant, les essais de détermination de l'indice d'absorption d'huile utilisant de l'huile de paraffine sur certains noirs spéciaux et des noirs en poudre peuvent donner lieu à des différences inacceptables comparées aux résultats obtenus avec des essais utilisant du DBP. Bien que des études aient montré que quelle que soit l'huile utilisée, les résultats sont comparables en termes de fidélité, l'huile de paraffine présente l'avantage de ne pas être nocive.

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination, à l'aide d'un absorptiomètre, de l'indice d'absorption d'huile par le noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

La même méthode est utilisée pour la détermination de l'indice d'absorption d'huile par des échantillons comprimés de noir de carbone. Le mode opératoire pour la préparation des échantillons comprimés est décrit à l'Annexe A.

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

ASTM D1765, *Standard Classification System for Carbon Blacks Used in Rubber Products*

ASTM D4821, *Standard Guide for Carbon Black — Validation of Test Method Precision and Bias*

## 3 Principe

L'huile est ajoutée à une prise d'essai de noir de carbone qui est agitée au moyen de rotors. Au fur et à mesure que le liquide est ajouté, le mélange passe de l'état de poudre très fluide à l'état de masse semi-plastique. Le point final de la détermination est atteint lorsque le couple résultant de la variation des propriétés de viscosité atteint une valeur préréglée ou un pourcentage défini du couple maximal, calculé à partir de la courbe de couple.

## 4 Réactifs

**AVERTISSEMENT** — Le phtalate de dibutyle est classifié comme «substance extrêmement préoccupante» (SVHC) car il est considéré toxique pour la reproduction. Son utilisation ou sa commercialisation est réglementée dans certains pays. Porter un vêtement de protection approprié. Remplacer par de l'huile de paraffine si techniquement réalisable.

**4.1 Phtalate de dibutyle**,  $\rho_{25} = 1,042 \text{ Mg/m}^3$  à  $1,047 \text{ Mg/m}^3$ ;

ou

**4.2 Huile de paraffine**, d'une viscosité cinématique de  $10 \text{ mm}^2/\text{s}$  à  $34 \text{ mm}^2/\text{s}$  (10 cSt à 34 cSt) à  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**4.3 Noirs de référence normalisés (SRB)**<sup>1)</sup>.

## 5 Appareillage

**5.1 Absorptiomètre**<sup>2)</sup>, constitué des éléments mentionnés de 5.2 à 5.5.

Deux types différents d'absorptiomètres sont couramment utilisés:

- les modèles électroniques (types C, E ou DABS), équipés d'une cellule de mesure et d'un indicateur de couple numérique;
- les modèles mécaniques (types A et B), qui sont d'anciens modèles constitués de ressorts et d'indicateurs de couple mécaniques.

Même si ces instruments mécaniques ne sont plus disponibles sur le marché, ils peuvent toujours être utilisés.

**5.2 Chambre de mélangeage**, en acier inoxydable.

D'autres matériaux de chambre, tels que l'aluminium anodisé mou ou dur, sont admis à condition qu'ils permettent d'obtenir une lecture acceptable pour le SRB F après étalonnage (voir 8.2.9). Le fini de surface de la chambre de mélangeage est un facteur essentiel pour conserver un étalonnage adéquat, et la chambre de mélangeage ne doit pas être modifiée pour réaliser l'étalonnage.

Il est recommandé que les nouvelles chambres de remplacement soient préalablement polies pendant 16 h lors de leur première utilisation, afin de réduire à leur valeur minimale les modifications de surface de la chambre qui influent sur l'étalonnage.

**5.3 Rotors entraînés par un moteur**, équipant la chambre de mélangeage (5.2) et tournant à une fréquence de  $13 \text{ rad/s}$  ( $125 \text{ r/min}$ ).

**5.4 Dispositif détecteur de couple résistant**, composé d'une cellule de mesure pour mesurer la courbe de couple.

1) Les noirs de référence normalisés sont commercialisés par Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset Street, Borger, TX 79007, États-Unis, Tél/Fax + 1 806 273 3006, E-mail: jwbal@cableone.net, site Web: [www.carbonstandard.com](http://www.carbonstandard.com). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

2) Des appareils appropriés sont disponibles auprès de Brabender GmbH & Co KG, Kulturstr. 51-55, 47055 Duisburg, Allemagne, Tél + 49 203 7788-0, Fax: + 49 203 7788-100, E-mail: brabender@brabender.com, site Web: [www.brabender.com](http://www.brabender.com) et HITEC Luxembourg, 5, rue de l'Église, L-1458 Luxembourg, Tél + 352 49 84 78-1, Fax + 352 40 13 03, E-mail: info@hitec.lu, site Web: [www.hitec.lu](http://www.hitec.lu). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des appareils ainsi désignés. Des appareils équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Les absorptiomètres de types C et DABS disposent d'un système d'acquisition de données intégré pour enregistrer la courbe de couple et calculer le point final. Un absorptiomètre de type E peut être équipé d'un système d'acquisition de données externe<sup>3)</sup>. Les absorptiomètres de types A et B utilisent un ressort et un amortisseur hydraulique muni d'un pointeau de réglage, l'ensemble agissant sur un interrupteur qui arrête automatiquement les rotors (5.3) et la burette (5.5) dès que le couple atteint une valeur pré-réglée. Des instructions concernant la vérification et le réglage de l'appareil sont données à l'Annexe B.

**5.5 Burette à débit constant**, pré-réglée de façon à délivrer de l'huile à un débit de  $(0,067 \pm 0,000 4) \text{ cm}^3/\text{s}$  [ $(4,0 \pm 0,025) \text{ cm}^3/\text{min}$ ]. Des instructions concernant la vérification de la burette sont données à l'Annexe C.

**5.6 Étuve**, modèle à convection par gravité, capable de régler la température à  $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $125 \text{ }^\circ\text{C}$  et d'uniformiser la température à  $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**5.7 Balance**, exacte à 10 mg.

**5.8 Dessiccateur**.

**5.9 Spatule**, en matériau souple pour éviter de rayer la chambre de mélangeage.

## 6 Préparation de l'échantillon

Sécher la quantité de noir de carbone spécifiée en 8.3 durant 1 h dans l'étuve (5.6) réglée à  $125 \text{ }^\circ\text{C}$ , en utilisant le mode opératoire de séchage spécifié dans l'ISO 1126. Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.8) jusqu'à température ambiante. Maintenir l'échantillon séché dans le dessiccateur jusqu'à la réalisation de l'essai.

## 7 Conditions d'essai

Il convient de réaliser l'essai de préférence à une température de  $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Il convient de maintenir la température de la chambre de mélangeage inférieure à  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ .

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Vérification de l'absorptiomètre et de la burette à débit constant

Procéder comme décrit dans les Annexes B et C.

### 8.2 Étalonnage et normalisation de l'absorptiomètre

**8.2.1** Suivre les modes opératoires spécifiés en 8.3 et 8.4, en utilisant des noirs de référence normalisés (SRB) comme indiqué dans l'ASTM D4821. Chaque noir de référence normalisé doit être soumis à essai un nombre suffisant de fois afin d'établir des valeurs de mesure précises.

Certains noirs de carbone semi-renforçants, c'est-à-dire les noirs des séries N500, N600 et N700 et les noirs thermiques (N900), peuvent ne pas donner de point final en raison d'un niveau insuffisant du couple. Par conséquent, la méthode préférentielle pour les essais de noirs tendres consiste à enregistrer la courbe de couple au moyen d'un stylet ou d'un système d'acquisition de données et à lire le point final à 70 % du maximum de la courbe. Si cette approche est appliquée, s'assurer que l'étalonnage est réalisé de la même façon.

3) Cet appareil est disponible sur le marché auprès de HITEC, Luxembourg, (voir note de bas de page 2). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'appareil ainsi désigné. Un appareil équivalent peut être utilisé s'il est démontré qu'il donne les mêmes résultats.

**8.2.2** Soumettre à essai les six noirs de référence en double afin d'établir la valeur moyenne mesurée. Des valeurs supplémentaires sont ajoutées régulièrement toutes les semaines. La moyenne mobile des valeurs mesurées est calculée à partir des quatre dernières valeurs.

Lorsque l'essai ne concerne que des noirs de carbone hautement renforçants ou semi-renforçants, l'étalonnage peut être limité soit aux trois noirs de référence durs (A, B, C) soit aux trois noirs de référence tendres (D, E, F).

**8.2.3** Réaliser une analyse de régression en utilisant la valeur étalon de l'étalon (valeur  $y$ ) et la valeur mesurée de la moyenne mobile (valeur  $x$ ). Il est recommandé de conserver séparément les courbes d'étalonnage des noirs tendres et durs.

**8.2.4** Normaliser les valeurs de tous les échantillons ultérieurs comme suit:

$$\text{Valeur normalisée} = (\text{valeur mesurée} \times \text{pente}) + \text{point d'intersection avec l'axe } y$$

**8.2.5** Il est également possible de générer un tableau de valeurs, sur la base de l'équation de régression, pour déterminer la correspondance entre une valeur mesurée et une valeur étalonée.

**8.2.6** Pour les valeurs mesurées sur les SRB qui sont uniformément en dehors de la variabilité prévue, l'appareillage d'essai doit être étalonné de nouveau.

**8.2.7** Lorsque l'absorptiomètre ou l'étalonnage fait l'objet d'une modification, une nouvelle courbe d'étalonnage doit être tracée comme décrit en 8.2.1.

**8.2.8** Dans la plupart des cas, lorsqu'il n'est pas possible de réaliser un étalonnage adéquat en suivant 8.2.2 à 8.2.5, il est nécessaire de remplacer la chambre de mélangeage par une chambre présentant un fini de surface approprié.

**8.2.9** Régler l'indicateur de couple d'arrêt de sorte que la catégorie F de la série SBR utilisée donne une valeur dans sa plage acceptable [SRB F5:  $(129,5 \pm 1,5) \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ ; SRB F6:  $(133,6 \pm 3,3) \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ ; SRB F7:  $(129,3 \pm 2,0) \text{ cm}^3/100 \text{ g}$ ]. Après étalonnage, ce réglage ne doit pas être modifié.

**8.2.10** Noter que pour les absorptiomètres de types C, E et DABS:

- tous les signaux numériques de l'amortisseur du dispositif détecteur de couple sont pré-réglés à 3 s;
- si un système d'acquisition de données est utilisé, les valeurs d'essai des échantillons ultérieurs sont corrigées automatiquement par le logiciel.

**8.2.11** Pour les absorptiomètres de types A et B:

- vérifier que le sélecteur de vitesse (s'il est installé) de l'appareil enregistreur de couple est dans la bonne position;
- pour calculer les valeurs correctes de l'indice d'absorption d'huile, il est obligatoire d'appliquer la normalisation décrite de 8.2.2 à 8.2.9.

## 8.3 Prise d'essai

### 8.3.1 Dosages OAN

Peser, à 20 mg près, une masse de l'échantillon séché de noir de carbone en conformité avec le Tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai pour la détermination de l'absorption d'huile

Type de noir de carbone	Masse de la prise d'essai g
Séries N630, N642 et N700 sauf N765	25
Séries N800 et N900, SRB D7 et SRB D8	40
Tous les autres types (y compris N765)	20

Pour les noirs de masse volumique apparente élevée qui ne remplissent pas assez la chambre de mélangeage, il peut être nécessaire d'augmenter la masse de la prise d'essai de noir de carbone, de sorte qu'un couple suffisant soit développé pour déclencher l'interrupteur de couple d'arrêt.

### 8.3.2 Dosages COAN

Voir Annexe A.

## 8.4 Dosage

**8.4.1** Introduire la prise d'essai (voir 8.3) dans la chambre de mélangeage de l'absorptiomètre, étalonné comme spécifié en 8.2.

**8.4.2** Remettre en place le couvercle de la chambre de mélangeage.

**8.4.3** Vérifier l'écoulement de réactif en tournant la tubulure d'arrivée au-dessus d'un récipient auxiliaire. La burette (5.5) doit délivrer un flux d'huile (4.1 ou 4.2) exempt d'air, et la tubulure d'arrivée doit être exempte de bulles d'air. Arrêter la burette. Centrer la tubulure d'arrivée au-dessus de la chambre de mélangeage et régler l'appareil sur «automatique».

**8.4.4** Mettre le compteur de la burette à zéro. Si un système d'acquisition de données est utilisé, cela est réalisé automatiquement par le système.

**8.4.5** Appuyer sur le bouton de démarrage.

**8.4.6** Noter l'indication du compteur de la burette après l'arrêt de l'appareil.

**8.4.7** Démontez la chambre de mélangeage et nettoyez les rotors (5.3) et la chambre de mélangeage à l'aide de la spatule (5.9).

Le procédé de nettoyage peut être simplifié en ajoutant un peu de noir sec et en faisant fonctionner l'absorptiomètre avant le démontage de la chambre, pendant que la burette est en remplissage.

**8.4.8** Remonter la chambre de mélangeage.

## 9 Expression des résultats

L'indice d'absorption d'huile (OAN) (ou COAN si l'échantillon a été comprimé avant l'essai) du noir de carbone, exprimé en centimètres cubes pour 100 g, est donné par l'équation suivante:

$$\text{OAN (ou COAN)} = \frac{V}{m} \times 100$$

où

$V$  est le volume, en centimètres cubes, de l'huile utilisée (voir 8.4.6);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 8.3).

Normaliser la valeur mesurée en utilisant l'équation en 8.2.4.

## 10 Fidélité et biais

Voir Annexe D.

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) la température de séchage utilisée (125 °C);
- d) si le noir de carbone a été comprimé (COAN) ou non (OAN) avant l'essai;
- e) les conditions d'essai;
- f) la masse de la prise d'essai utilisée;
- g) la méthode appliquée pour déterminer le point final (réglage fixé de l'indicateur de couple d'arrêt ou 70 % du couple maximal);
- h) la position de l'indicateur de couple d'arrêt;
- i) les résultats obtenus à partir de chacune des déterminations ainsi que leur moyenne;
- j) la date de l'essai.

ITeCh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012>

## Annexe A (normative)

### Préparation des prises d'essai comprimées

#### A.1 Domaine d'application

La présente annexe spécifie des modes opératoires de préparation des échantillons pour la détermination de l'indice d'absorption d'huile d'échantillons comprimés de noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

#### A.2 Principe

Une quantité de noir de carbone sec est comprimée quatre fois à une pression de 165 MPa, puis l'indice d'absorption d'huile est déterminé comme décrit dans la présente Norme internationale.

#### A.3 Appareillage

**A.3.1 Balance**, exacte à 10 mg.

**A.3.2 Étuve**, modèle à convection par gravité, capable de réguler la température à  $\pm 1$  °C à 125 °C et d'uniformiser la température à  $\pm 5$  °C.

**A.3.3 Cylindre et piston de compression** (type A ou B).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1->

[cd10fe014fc3/iso-4656-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6016691b-0377-43f8-88b1-cd10fe014fc3/iso-4656-2012)

**A.3.4 Presse hydraulique**, à énergie électrique, disposant d'une puissance suffisante pour forcer le piston dans le cylindre pendant la compression de l'échantillon à une vitesse de 4,2 mm/s et pour exercer une pression finale de 165 MPa sur l'échantillon.

**A.3.5 Spatule**.

**A.3.6 Bécher en acier**.

**A.3.7 Tamis**, dimensions nominales des ouvertures de 850  $\mu\text{m}$ .

**A.3.8 Brosse**, à poils durs de 38 mm.

**A.3.9 Dessiccateur**.

#### A.4 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité appropriée de l'échantillon de noir de carbone durant 1 h dans l'étuve (A.3.2) réglée à 125 °C. Laisser refroidir dans le dessiccateur (A.3.9) jusqu'à température ambiante.