
**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)*
(standards.iteh.ai)

[ISO 18852:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cf56904-2dac-4ab3-a963-5828009c004f/iso-18852-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cf56904-2dac-4ab3-a963-5828009c004f/iso-18852-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18852:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c56904-2dac-4ab3-a963-5828009c004f/iso-18852-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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	3
6 Préparation de l'appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption	3
7 Préparation de l'échantillon	4
7.1 Généralités.....	4
7.2 Méthode d'aspiration par le vide.....	4
7.3 Méthode avec débit de gaz de purge.....	5
8 Mode opératoire de mesurage	5
8.1 Mesurage.....	5
8.2 Choix des points de mesure et détermination de la surface par adsorption d'azote (NSA).....	6
8.2.1 Généralités.....	6
8.2.2 Mode opératoire A.....	6
8.2.3 Mode opératoire B.....	6
8.3 Vérification des valeurs mesurées.....	7
9 Détermination de la surface par l'épaisseur statistique (STSA)	7
9.1 Généralités.....	7
9.2 Mode opératoire.....	7
9.3 Calcul de la STSA.....	8
9.4 Vérification des valeurs mesurées.....	8
10 Fidélité	8
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Précision	9
Bibliographie	12

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://www.iso.org/standards/information).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 18852:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique avec les modifications suivantes:

- [Article 6](#): suppression de la description de ce que les opérateurs n'ont pas à faire; spécification de ce que les opérateurs ont à faire. La vérification des valeurs mesurées a été déplacé à [l'Article 8](#) pour le mode opératoire de mesure;
- [Articles 7](#) et [10](#): ajout d'explications pour les opérateurs afin de faciliter la mise en œuvre du mode opératoire;
- [Article 8](#): la description pour le choix des points de mesure a été modifiée;
- la spécification de la masse de l'échantillon a été déplacée à [l'Article 7](#) pour la préparation de l'échantillon, et l'ancien [Article 9](#) a été supprimé.

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 aussi bien que la détermination de la surface par l'épaisseur statistique (STSA), aussi connue comme la surface externe. La STSA, cependant, n'est pas applicable à la silice et à l'oxyde de zinc.

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

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 4652:2012, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — 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*

3 Principe

Un échantillon de noir de carbone, de silice, d'oxyde de zinc, etc., est placé dans une cellule de volume connu puis dégazée. Un volume connu d'azote gazeux est dosé dans la cellule qui est maintenue à la température de l'azote liquide. La pression dans la cellule diminue à l'équilibre en raison de l'adsorption par l'échantillon. La quantité adsorbée à l'équilibre est dérivée de la différence entre la quantité de gaz dosée et celle restant dans la cellule. La pression est mesurée en même temps que la température dans le système, et le volume du système est mesurée avec un gaz qui ne s'adsorbe pas tel que l'hélium avant l'essai. La NSA est déterminée par l'analyse BET sur la quantité d'adsorption obtenue, et la STSA est déterminée par l'analyse de la courbe-t.

4 Appareillage

4.1 Appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption, comprenant un manomètre ou un capteur, un volume d'étalonnage, un vase de Dewar et tous les autres accessoires nécessaires pour l'analyse.

Le manomètre ou le capteur doit avoir une précision de $\pm 0,25$ % en pleine échelle sur une plage de 0 kPa à 133 kPa.

Le volume d'étalonnage se situe là où le volume d'azote à adsorber est mesuré et doit avoir un volume interne connu avec une vanne ou un robinet d'arrêt. Il doit avoir été étalonné par le fabricant avant l'essai.

Le volume du porte échantillon se situe là où l'adsorption de l'échantillon est réalisée, et la pression à l'équilibre décrite dans [l'Article 3](#) est la pression de cette partie. Un connecteur raccorde l'appareil à une cellule d'adsorption.

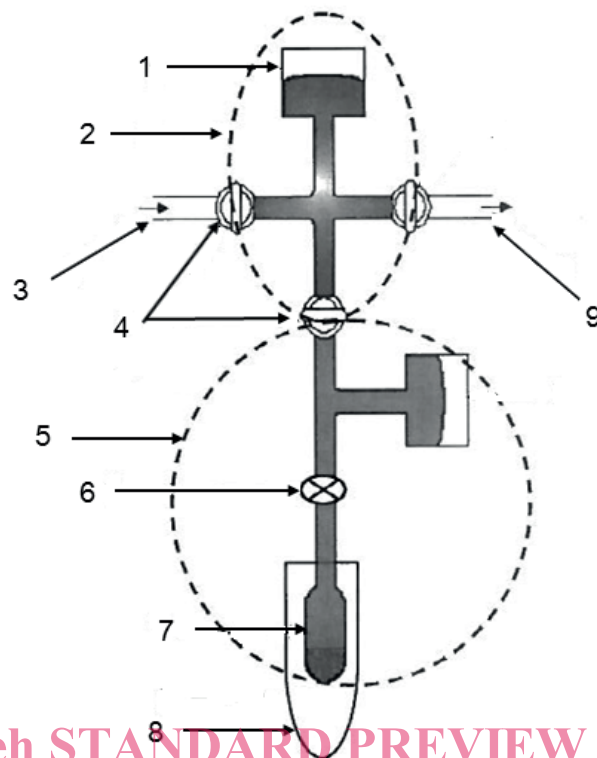
NOTE Commercialement, il y a deux types d'appareils avec différentes méthodes d'étalonnage du volume de la cellule d'adsorption; ceux où un facteur d'étalonnage est appliquée au volume de la cellule vide déterminé avant l'essai, et ceux où le volume de la cellule avec un échantillon est mesurée directement pendant l'essai (avec ou sans mesure parallèle du volume d'une autre cellule vide). Chaque type est adapté.

4.2 Cellule d'adsorption (appelée «cellule» dans le reste du document), fabriquée en verre et pouvant maintenir un vide à une pression d'au plus 2,7 Pa lorsqu'elles sont fixées à l'appareil d'adsorption. Il est nécessaire d'y fixer un bouchon ou une vanne pour éviter l'adsorption après séchage.

4.3 Balance analytique, de sensibilité 0,1 mg.

4.4 Station de dégazage ou manchon thermique, capable de maintenir les températures du [Tableau 1](#) ainsi qu'une aspiration par le vide ou un débit de gaz de purge afin de réaliser le mode opératoire de dégazage spécifié à [l'Article 7](#).

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)
ISO 18852:2015
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/5c56904-2dac-4ab3-a963-5828009c004f/iso-18852-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Légende

- | | | | |
|---|-----------------------------|----------------------|------------|
| 1 | manomètre ou capteur | ISO 18852:2015 | connecteur |
| 2 | volume d'étalonnage | cellule d'adsorption | |
| 3 | gaz dosé | vase de Dewar | |
| 4 | vanne | vers la pompe à vide | |
| 5 | volume du porte échantillon | | |

Figure 1 — Schéma de l'appareil de mesure d'adsorption

5 Réactifs

- 5.1 **Azote liquide**, de pureté 99,9 % ou supérieure.
- 5.2 **Azote gazeux ultrapur**, de pureté 99,995 % ou supérieure.
- 5.3 **Hélium gazeux ultrapur**, de pureté 99,99 % ou supérieure.

NOTE L'hélium est utilisé pour l'étalonnage de l'appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption puisque il ne s'adsorbe pas avec la cellule ou l'échantillon.

6 Préparation de l'appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption

- 6.1 Mettre en marche l'appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption et l'ordinateur.

6.2 Connecter les bouteilles d'hélium et d'azote à l'appareil volumétrique automatique de mesure d'adsorption avec des tubes à gaz, et vérifier si la pression secondaire du régulateur est telle que spécifiée par le fabricant de l'appareil.

6.3 Vérifier s'il n'y a pas de fuite entre les tubes connectés.

6.4 Effectuer une purge de gaz des tubes vers l'appareil lorsque les bouteilles sont remplacées ou que l'appareil n'est pas utilisé pendant au moins un mois.

6.5 Vérifier périodiquement que les sources d'erreur dans l'appareil ont été minimisées de manière appropriée, conformément au manuel de l'utilisateur.

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Généralités

Avant la détermination de la NSA ou la STSA, les contaminants adsorbés tels que des molécules atmosphériques doivent être éliminés de la surface de l'échantillon (= dégazage). Les conditions de dégazage varient en fonction du matériau mesuré et doivent être telles que données dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Conditions de dégazage

Matériau	Température °C	Durée minimale h	Référence
Noir de carbone	300 ± 10	0,5	ISO 4652:2012, 3.6.1.2, 4.4, 5.5.6, 6.7.4, et 6.7.5
Silice	155 ± 5	1,0	ISO 5794-1:2010, D.4.6 et E.3.2
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, D.4.6

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

7.2 Méthode d'aspiration par le vide

7.2.1 Après dégazage d'une cellule à blanc par aspiration par le vide, remplir la cellule avec de l'azote gazeux (5.2) ou de l'hélium gazeux (5.3) à pression atmosphérique. Insérer une baguette de verre dans la tige de la cellule d'adsorption, si recommandé par le fabricant de l'appareil, afin de réduire le volume mort. Déconnecter la cellule de l'adaptateur et l'obturer rapidement avec un bouchon ou une vanne. Peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_1 .

7.2.2 Peser un échantillon séché à l'avance de façon à ce que la NSA de l'échantillon soit équivalente à 20 m² à 50 m², et le mettre dans la cellule. Déposer l'échantillon, en le faisant adhérer sur la tige de la cellule, dans la cellule à l'aide d'un écouvillon.

7.2.3 Relier la cellule contenant l'échantillon à la station de dégazage et dégazer par aspiration par le vide avec chauffage conformément aux instructions de fonctionnement.

7.2.4 Après dégazage, remplir la cellule du gaz, à pression atmosphérique, utilisé en 7.2.1. Déconnecter la cellule de l'adaptateur et l'obturer rapidement avec un bouchon ou une vanne. Peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_2 .

7.2.5 Calculer la masse de l'échantillon comme suit:

$$m_0 = m_2 - m_1 \quad (1)$$

où

m_0 est la masse de l'échantillon, exprimée en grammes;

m_2 est la masse de la cellule, de la baguette en verre, du gaz dans la cellule, de l'échantillon et du bouchon ou de la vanne, exprimée en grammes;

m_1 est la masse de la cellule, de la baguette en verre, du gaz dans la cellule et du bouchon ou de la vanne, exprimée en grammes.

7.3 Méthode avec débit de gaz de purge

7.3.1 Connecter une cellule à blanc à l'adaptateur et ouvrir la vanne connectée à la cellule. Insérer une bouteille de gaz pour l'azote gazeux (5.2) ou l'hélium gazeux (5.3) au fond de la cellule et la remplir avec le gaz. Déconnecter la cellule de l'adaptateur et l'obturer rapidement avec un bouchon ou une vanne. Peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_1 .

7.3.2 Peser un échantillon séché à l'avance de façon à ce que la NSA de l'échantillon soit équivalente à 20 m² à 50 m², et le mettre dans la cellule. Déposer l'échantillon, en le faisant adhérer sur la tige de la cellule, dans la cellule à l'aide d'un écouvillon.

7.3.3 Relier la cellule contenant l'échantillon à l'adaptateur et ouvrir la vanne connectée à la cellule. Insérer la bouteille de gaz utilisée en 7.3.1 au fond de la cellule et appliquer un débit approprié de gaz de façon à ne pas agiter l'échantillon. Tout en appliquant le gaz, chauffer l'échantillon conformément aux conditions du [Tableau 1](#) jusqu'à ce que la masse devienne constante.

Le temps de dégazage peut varier significativement d'un échantillon à l'autre, et il est recommandé de prévoir une marge supplémentaire raisonnable en terme de temps.

7.3.4 Après dégazage, déconnecter la cellule de l'adaptateur et l'obturer rapidement avec un bouchon ou une vanne. Peser la cellule à 0,1 mg près et enregistrer la masse m_2 .

7.3.5 Calculer la masse de l'échantillon m_0 comme en [7.2.5](#).

8 Mode opératoire de mesurage

8.1 Mesurage

8.1.1 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.

8.1.2 Déterminer la pression de vapeur saturante de l'azote liquide (5.1) dans un vase de Dewar par mesurage de sa température. Cette pression est affectée par la pureté de l'azote liquide et par la pression ambiante. Les impuretés dissoutes dans l'azote liquide, telle que l'oxygène, provoquent en général une augmentation de la température de l'azote liquide, avec une augmentation corrélative de la pression de vapeur saturante de quelques kilopascals.

NOTE Certains appareils sont capables de mesurer automatiquement la pression de vapeur saturante.

8.1.3 Saisir dans l'ordinateur la plage de pressions relatives, le nombre de points de mesure (voir [8.2](#), la pression de vapeur saturante, la masse de l'échantillon et d'autres informations conformément aux