

Première édition  
2018-07

Version corrigée  
2018-10

---

---

**Caoutchouc — Détermination du taux  
de cendres —**

**Partie 1:  
Technique de combustion sèche**

*Rubber — Determination of ash —*

*Part 1: Combustion method*  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 247-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018>



Numéro de référence  
ISO 247-1:2018(F)

© ISO 2018

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

ISO 247-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +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
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
4.1    Méthode A.....	2
4.2    Méthode B.....	2
4.3    Méthode C.....	2
4.4    Résultats d'essai.....	2
<b>5</b> <b>Réactif</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Préparation de la prise d'essai</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Méthode A.....	3
8.2    Méthode B.....	4
8.3    Méthode C.....	4
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>4</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>Annexe A (informative) Fidélité</b> .....	<b>6</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>7</b>

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 247-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette première édition de l'ISO 247-1 annule et remplace l'ISO 247:2006, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la «Méthode C» a été ajoutée en tant que nouveau mode opératoire;
- l'[Annexe A](#) a été ajoutée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 247, se trouve sur le site Web de l'ISO.

La présente version corrigée de l'ISO 247-1:2018 inclut les corrections suivantes:

- Le paragraphe [4.4](#) a été ajouté dans le document et dans le Sommaire;
- Deux avertissements ont été ajoutés avant le Domaine d'application;
- Dans le Domaine d'application, le texte «la Méthode B est utilisée...» a été remplacé par «la Méthode B n'est pas utilisée...»;
- En 11 b), «c'est-à-dire l'ISO 247-1:2018» a été remplacé par «c'est-à-dire ISO 247-1»;
- L'Article 11 a été transféré dans son intégralité à la page suivante.

# Caoutchouc — Détermination du taux de cendres —

## Partie 1: Technique de combustion sèche

**AVERTISSEMENT 1** — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour objet 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 déterminer l'applicabilité de toute condition réglementaire nationale.

**AVERTISSEMENT 2** — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets qui pourraient constituer un danger pour l'environnement local. Il convient de se référer à la documentation appropriée pour leur manipulation et leur élimination après utilisation.

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie trois méthodes pour la détermination du taux de cendres des caoutchoucs bruts, des mélanges à base de caoutchouc et des vulcanisats. Les méthodes sont applicables aux caoutchoucs bruts, en mélange ou vulcanisés, des groupes M, N, O, R et U décrits dans l'ISO 1629, à l'exception que:

- la Méthode A n'est pas utilisée pour la détermination du taux de cendres des caoutchoucs en mélange ou vulcanisés contenant du chlore, du brome ou de l'iode;
- la Méthode B n'est pas utilisée pour les caoutchoucs en mélange ou vulcanisés contenant du chlore, du brome ou de l'iode. Elle ne doit pas être utilisée pour les caoutchoucs qui ne sont pas en mélange;
- la Méthode C est destinée à être utilisée pour la détermination de la cendre à partir de caoutchouc brut en enroulant la prise d'essai dans un papier filtre sans cendre;
- les composés de lithium et de fluor peuvent réagir avec les creusets en silice pour former des composés volatils, donnant des résultats faibles de taux de cendres. Des creusets en platine doivent donc être utilisés pour la calcination des caoutchoucs polymérisés contenant du lithium et du fluor.

Le présent document ne couvre pas l'interprétation des résultats du taux de cendre en tant que teneur en matières chimiques inorganiques d'un mélange ou d'un vulcanisat. Cela est du ressort de l'analyste, qui doit avoir connaissance du comportement des additifs présents dans le caoutchouc aux températures élevées.

### 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 248-1, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

### 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à <https://www.iso.org/obp>

### 4 Principe

#### 4.1 Méthode A

Une prise d'essai pesée est chauffée dans un creuset sur un brûleur à gaz. Après élimination de tous les produits de décomposition volatils, le creuset est transféré dans un four à moufle où il est chauffé jusqu'à ce que toute la matière carbonée soit calcinée et qu'une masse constante soit obtenue.

#### 4.2 Méthode B

Une prise d'essai pesée est chauffée dans un creuset en présence d'acide sulfurique, premièrement au moyen d'un brûleur à gaz et ensuite dans un four à moufle où il est chauffé jusqu'à ce que toute la matière carbonée soit calcinée et qu'une masse constante soit obtenue.

#### 4.3 Méthode C

Une prise d'essai pesée est enveloppée dans un papier-filtre sans cendre, pré-calcinée à  $300\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  pendant 1 h, suivi par une incinération dans un four à moufle à  $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  pendant 2 h à 4 h jusqu'à ce que toute la matière carbonée soit calcinée et qu'une masse constante soit obtenue.

#### 4.4 Résultats d'essai

Les trois méthodes d'incinération ne donnent pas des résultats identiques dans tous les cas, et il est nécessaire d'indiquer dans le rapport d'essai la méthode d'incinération utilisée.

### 5 Réactif

**5.1 Acide sulfurique** (pour la méthode B uniquement), de qualité analytique,  $\rho = 1,84\text{ g/cm}^3$ .

### 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, plus les suivants.

**6.1 Creuset**, en porcelaine, silice ou platine, de capacité d'environ  $50\text{ cm}^3$ . Pour les caoutchoucs synthétiques bruts, il est permis d'utiliser un creuset de capacité minimale  $25\text{ cm}^3$  par gramme de prise d'essai.

NOTE Les creusets en platine sont utilisés pour l'incinération des caoutchoucs contenant du fluor et du lithium polymérisé sous forme de composés de lithium et de fluor qui pourraient réagir avec les creusets en silice pour former des composés volatils, donnant des résultats faibles de taux de cendre.

**6.2 Plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement**, de  $100\text{ mm}^2$  et d'environ  $5\text{ mm}$  d'épaisseur, avec un trou central pour accueillir le creuset (6.1). Les deux tiers environ du creuset doivent dépasser au-dessous de la plaque.

**6.3 Bec Bunsen**, ou brûleur à gaz d'un type similaire.

**6.4 Four à moufle**, muni d'une cheminée et de dispositifs destinés à contrôler la circulation de l'air dans le four. (Cela peut être réalisé en réglant l'ouverture de la porte). Un dispositif de contrôle de la température est nécessaire pour maintenir une température de  $300\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  ou de  $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  ou de  $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ .

**6.5 Papier filtre sans cendre**, de 15 cm de diamètre.

## 7 Préparation de la prise d'essai

**7.1** Les prises d'essai de caoutchouc naturel brut doivent être prélevées dans la pièce homogénéisée préparée conformément à l'ISO 1795. Les prises d'essai de caoutchoucs synthétiques bruts doivent être prélevées dans le caoutchouc séché, obtenu à partir de la détermination des matières volatiles, conformément à l'ISO 248-1.

**7.2** Les prises d'essai de caoutchoucs en mélange doivent être réduites en petits morceaux à la main.

**7.3** Les prises d'essai de vulcanisats doivent être mises en feuilles ou pulvérisées dans un broyeur ou réduites en petits morceaux à la main.

**7.4** Des précautions doivent être prises afin de s'assurer que les prises d'essai de caoutchoucs en mélange et de vulcanisats soient représentatives de l'échantillon.

(standards.iteh.ai)

## 8 Mode opératoire

ISO 247-1:2018

**8.1 Méthode A** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018>

Chauffer un creuset (6.1) vide, propre et de dimensions appropriées, pendant environ 30 min dans le four à moufle (6.4), maintenu à  $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ , le laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur et le peser à 0,1 mg près. Prélever une prise d'essai d'environ 5 g de caoutchouc brut ou de 1 g à 5 g de caoutchouc en mélange ou de vulcanisat, selon la masse de cendres présumée, et la peser à 0,1 mg près. Placer la prise d'essai pesée dans le creuset inséré dans le trou de la plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement (6.2). Chauffer doucement le creuset à l'aide du brûleur (6.3) sous une hotte bien ventilée, en faisant attention que le caoutchouc ne s'enflamme pas. S'il y a des pertes de matière à cause de projections ou de débordement, recommencer le mode opératoire ci-dessus avec une nouvelle prise d'essai.

Lorsque le caoutchouc s'est décomposé en une masse carbonisée, augmenter graduellement le chauffage du brûleur jusqu'à l'élimination suffisante des produits volatils et l'obtention d'un résidu carboné sec. Transférer le creuset et son contenu dans le four à moufle, maintenu à  $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  (pour les caoutchoucs en mélange et les vulcanisats, une température de  $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  peut être utilisée), en laissant la porte du four légèrement ouverte de façon à obtenir un courant d'air suffisant pour oxyder le carbone.

Poursuivre le chauffage jusqu'à ce que tout le carbone ait été oxydé et jusqu'à l'obtention de cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur et les peser à 0,1 mg près. Ensuite, chauffer de nouveau le creuset et son contenu dans le four à moufle, maintenu à  $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  (pour les caoutchoucs en mélange et les vulcanisats, une température de  $950\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  peut être utilisée) pendant environ 30 min, laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur et peser à nouveau à 0,1 mg près. Cette masse ne doit pas différer de la masse précédente de plus de 1 mg in dans le cas de caoutchoucs bruts, ou de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres pour les caoutchoucs en mélange et les vulcanisats. Si cette exigence n'est pas remplie, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives respecte cette exigence.

## 8.2 Méthode B

Chauffer un creuset (6.1), vide, propre et de dimensions appropriées, dans le four à moufle (6.4) maintenu à 950 °C ± 25 °C, pendant environ 30 min, le laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur et le peser à 0,1 mg près. Prélever une prise d'essai d'environ 1 g à 5 g de caoutchouc en mélange ou de vulcanisat, et la peser à 0,1 mg près. Placer la prise d'essai dans le creuset et verser environ 3,5 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré (5.1) sur la prise d'essai, de façon que le caoutchouc soit complètement imprégné. Placer le creuset et son contenu dans le trou de la plaque résistante à la chaleur et isolante thermiquement (6.2) et chauffer doucement à l'aide du brûleur sous une hotte bien ventilée. Si, au cours de la réaction initiale, le mélange gonfle d'une façon excessive, retirer alors la flamme afin d'éviter une perte possible de produit.

Lorsque la réaction ralentit, augmenter le chauffage du brûleur jusqu'à ce que l'excès en acide sulfurique soit volatilisé et que le mélange forme un résidu carboné sec. Transférer le creuset et son contenu dans le four à moufle, maintenu à 950 °C ± 25 °C, en laissant la porte du four entrouverte pendant 1 min pour fournir suffisamment d'air pour oxyder le carbone et chauffer durant environ 1 h pour oxyder tout le carbone et obtenir des cendres claires. Retirer le creuset et son contenu du four, les laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur et les peser à 0,1 mg près. Chauffer ensuite le creuset de nouveau dans le four à moufle, à durant environ 30 min, maintenu à 950 °C ± 25 °C, laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur et repeser à 0,1 mg près.

Si cette masse s'écarte de la masse précédente de plus de 1 % par rapport à la quantité de cendres, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 % de la quantité de cendres.

## 8.3 Méthode C

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

Peser, à 0,1 mg près, une prise de 5 g à 10 g du caoutchouc homogénéisé. L'envelopper dans du papier-filtre sans cendre (6.5) et la placer dans un creuset (6.1) qui a été préalablement réchauffé et pesé. Introduire le creuset dans un four à moufle (6.4) réglé à une température de 300 °C ± 25 °C pendant 1 h de pré-calcination suivie par une incinération dans un four à moufle à 550 °C ± 25 °C durant 2 h à 4 h jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de carbone. Lorsque l'incinération est terminée, laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur, puis peser à 0,1 mg près.

Cette masse ne doit pas différer de la masse précédente de plus de 1 mg. Si cette exigence n'est pas remplie, répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives respecte cette exigence.

## 9 Expression des résultats

Le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la [Formule \(1\)](#):

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset vide;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset et des cendres.

## 10 Fidélité

Voir l'[Annexe A](#).

## 11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'éprouvette ou de l'échantillon;
- b) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 247-1;
- c) la méthode utilisée — méthode A, méthode B ou méthode C;
- d) la température utilisée, et la raison de son choix si une température de 950 °C a été utilisée pour la méthode A;
- e) le taux de cendre déterminé pour le produit soumis à essai, en pourcentage en masse;
- f) la date de l'essai.

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

[ISO 247-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8a2a858-2be1-4516-9509-61f95cc211b9/iso-247-1-2018>