

---

---

**Ingrédients de mélange de  
caoutchouc — Noir de carbone —  
Détermination de la distribution  
dimensionnelle des agrégats  
par photosédimentométrie avec  
centrifugeuse à disque**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination  
of aggregate size distribution by disc centrifuge photosedimentometry*  
(standard.i.ch.a.)

[ISO 15825:2017](https://standards.iso.org/iso-15825-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428-  
b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428-b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017)



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

ISO 15825:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428-b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

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  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## 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>1</b>
3.1    Termes généraux.....	1
3.2    Termes concernant les dimensions des agrégats.....	2
<b>4</b> <b>Intérêt et utilisation</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et matériaux</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Étalonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Préparation de l'échantillon d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>10</b> <b>Réglage de l'équipement informatique et du logiciel</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b> <b>Lancement du mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Exemple d'une courbe de distribution de masse</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Fidélité</b> .....	<b>9</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>11</b>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428-b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017>  
 (standards.iteh.ai)

## 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 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](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/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html)

Le présent document a été élaboré 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 15825:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique:

- pour corriger la [Figure A.1](#);
- pour mettre à jour les données de fidélité de l'[Annexe B](#) après un nouveau programme d'essais interlaboratoires (ITP) conduit en 2015 et en 2016.

# Ingrédients de mélange de caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats par photosédimentométrie avec centrifugeuse à disque

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats de noir de carbone à l'aide d'un photosédimentomètre avec centrifugeuse à disque. Cette technique est fondée sur le comportement hydrodynamique du noir de carbone dans un champ centrifuge. La détermination de la distribution dimensionnelle des agrégats est importante dans l'évaluation du noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc.

## 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 1124, *Ingrédients de mélange de caoutchouc — Procédures d'échantillonnage sur des livraisons de noir de carbone*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*  
ISO 15825:2017  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a90555-468c-46ad-9428-b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

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 l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

### 3.1 Termes généraux

#### 3.1.1

##### agrégat de noir de carbone

entité distincte, rigide et colloïdale, représentant la plus petite unité de dispersion dans une suspension

Note 1 à l'article: Il est constitué de particules intimement soudées par fusion.

#### 3.1.2

##### fluide de rotation

liquide inerte injecté sur le disque avant la prise d'essai, dans lequel l'agrégat sédimente

Note 1 à l'article: Dans la plupart des cas, des conditions alcalines réduisent au minimum l'agglomération des agrégats dispersés.

### 3.1.3

#### fluide de dispersion

liquide dans lequel les agrégats sont dispersés

### 3.1.4

#### équation de Stokes

formule mathématique décrivant la sédimentation d'une particule sphérique:

$$D_{st} = \sqrt{\frac{1,8 \times 10^{16} \eta \ln\left(\frac{R}{S}\right)}{(\rho_1 - \rho_2) \omega^2 t}}$$

où

$D_{st}$  est le diamètre de Stokes (nm);

$\eta$  est la viscosité du fluide de rotation (Pa·s);

$R$  la distance du photodétecteur par rapport au centre de rotation (cm);

$S$  est la distance de l'interface entre l'air et le liquide par rapport au centre de rotation (cm);

$t$  est le temps de centrifugation (s);

$\rho_1$  est la masse volumique du noir de carbone (Mg/m<sup>3</sup>);

$\rho_2$  est la masse volumique du fluide de rotation (Mg/m<sup>3</sup>);

$\omega$  est la vitesse de rotation (rad/s).

### 3.1.5

#### masse volumique des particules

masse volumique de l'agrégat en Mg/m<sup>3</sup>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428-b5f1c2ad5c33/iso-15825-2017>

Note 1 à l'article: Pour le noir de carbone, 1,86 × 10<sup>3</sup> kg/m<sup>3</sup> (1,86 g/cm<sup>3</sup>) est utilisé comme valeur type.

## 3.2 Termes concernant les dimensions des agrégats

### 3.2.1

#### diamètre de Stokes

$D_{st}$   
diamètre d'une particule sphérique qui sédimente au sein d'un milieu visqueux dans un champ centrifuge ou gravitationnel selon l'équation de Stokes

Note 1 à l'article: Une particule non sphérique, tel qu'un agrégat de noir de carbone, peut aussi être représentée en termes d'équivalent du diamètre de Stokes, si l'on considère qu'elle se comporte comme une particule sphérique rigide, lisse ayant la même masse volumique et la même vitesse de sédimentation.

Note 2 à l'article: Les diamètres des particules de noir de carbone sont exprimés en nanomètres (nm).

### 3.2.2

#### diamètre moyen

$D_{mean}$   
diamètre moyen calculé à partir de la courbe de distribution différentielle de masse

Note 1 à l'article: Il représente le premier instant de la distribution différentielle.

Note 2 à l'article: Dans le logiciel de la centrifugeuse à disque Brookhaven, la distribution de masse est dénommée «Volume (masse)» et le diamètre moyen est enregistré en tant que «Moyenne».

Note 3 à l'article:  $D_{mean}$  est utilisé uniquement à des fins d'enregistrement.

**3.2.3****médiane** $D_{50}$ 

point de la courbe de distribution de masse où 50 % de la prise d'essai en masse sont des particules plus grosses ou plus fines de part et d'autre de ce point

Note 1 à l'article: Ce point représente donc la valeur médiane de la distribution.

Note 2 à l'article: Dans le logiciel de la centrifugeuse à disque Brookhaven, le diamètre de Stokes médian est enregistré en tant que «d50».

Note 3 à l'article:  $D_{50}$  est utilisé uniquement à des fins d'enregistrement.

**3.2.4****mode** $D_{\text{mode}}$ 

valeur à laquelle le diamètre le plus fréquent est observé, représentée par un pic sur la courbe de distribution

Note 1 à l'article: Dans certains cas, il peut y avoir plusieurs modes indiqués.

Note 2 à l'article:  $D_{\text{mode}}$  est utilisé uniquement à des fins d'enregistrement.

**3.2.5****quartile inférieur**

zone de la courbe de distribution de masse dans laquelle 75 % de l'échantillon de noir est constitué de particules plus grosses et 25 % de particules plus fines

**3.2.6****quartile supérieur**

zone de la courbe de distribution de masse dans laquelle 75 % de l'échantillon de noir est constitué de particules plus fines et 25 % de particules plus grosses

**3.2.7****rapport de quartile**

rapport entre le quartile supérieur et le quartile inférieur

Note 1 à l'article: Dans le logiciel de la centrifugeuse à disque Brookhaven, le rapport de quartile est enregistré en tant que «d75/d25».

**3.2.8** **$\Delta D-50$** 

largeur de la courbe de distribution de masse mesurée à mi-hauteur du mode qui est une mesure de l'amplitude de la distribution dimensionnelle des agrégats

Note 1 à l'article: Dans le logiciel de la centrifugeuse à disque Brookhaven,  $\Delta D 50$  est enregistré en tant que «FWHM» (pleine largeur à mi-hauteur).

**4 Intérêt et utilisation**

La photosédimentométrie avec centrifugeuse à disque produit rapidement une distribution dimensionnelle des agrégats en fonction de leurs différences de masse, en mesurant en continu la turbidité de la solution en fonction de la durée de la centrifugation. Pour obtenir une distribution de masse vraie, un coefficient de correction pour la diffusion de la lumière doit être appliqué.

Un exemple de courbe de distribution de masse est donné dans l'[Annexe A](#).

## 5 Appareillage

**5.1 Photosédimentomètre avec centrifugeuse à disque (DCP)<sup>1)</sup>**, capable d'avoir des vitesses de rotation de 1 000 r/min à 11 000 r/min ou supérieures, avec dispositif intégré de contrôle de la rotation (exactitude et stabilité supérieures à  $\pm 0,05$  %), volume du fluide de rotation compris entre 10 cm<sup>3</sup> et 20 cm<sup>3</sup>, température stable du fluide de rotation, stroboscope de contrôle du disque pour vérifier la stabilité et les anomalies d'écoulement, et un dispositif optique approprié de mesure de la turbidité approprié.

**5.2 Compteur d'énergie**, capable de mesurer la consommation d'énergie (en kWh) de l'émetteur d'ultrasons de type sonde.

Le compteur d'énergie est inséré entre une prise électrique du laboratoire et la prise du cordon d'alimentation du sonificateur. La consommation d'énergie réelle est indiquée par un affichage numérique.

**5.3 Émetteur d'ultrasons de type sonde<sup>2)</sup>**, typiquement avec une puissance nominale d'au moins 200 W.

Il convient que le sonificateur soit capable de fournir une consommation d'énergie mesurée d'au moins 60 W. Cela permet de disperser le noir de carbone en agrégats distincts. Voir [l'Article 8](#) pour plus de détails.

NOTE Des pointes de diamètre 12,7 mm (1/2 inch) se sont avérées appropriées.

## 6 Réactifs et matériaux

(standards.iteh.ai)

Sauf indication contraire, utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue<sup>3)</sup>.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a960333-4b8c-46a0-9428->

**6.1 Eau**, distillée ou déminéralisée, de grade 3 tel que défini dans l'ISO 3696.

**6.2 Ethanol**, absolu.

**6.3 Surfactant**, de type non-ionique<sup>4)</sup>, solutions de 0,02 % à 0,05 % (en masse).

**6.4 Dodécane**, de pureté  $\geq 98$  % (grade GC).

**6.5 Fluide de rotation**: Eau ([6.1](#)) contenant du surfactant ([6.3](#)) pouvant être ajustés de pH 9,0 à pH 10,0 en utilisant 0,1 mol/dm<sup>3</sup> NaOH.

1) BI-DCP Particle Sizer est disponible auprès de Brookhaven Instruments Corporation, 750 Blue Point Rd., Holtsville, NY 11742, USA, [www.brookhaveninstruments.com](http://www.brookhaveninstruments.com). L'instrument Joyce Loebel DCF 4 n'est plus disponible. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

2) Sonoplus 2220, équipé avec Sonotrode UW 2200 et horn DH 13 G, est disponible auprès de BANDELIN electronic GmbH & Co. KG, Heinrichstraße 3-4, D-12207 Berlin, [www.bandelin.com](http://www.bandelin.com). Il s'agit d'un exemple de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

3) *Reagent Chemicals: American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington DC, USA. Pour plus de renseignements sur les réactifs ne figurant pas dans la liste de l'American Chemical Society, voir *Reagent Chemicals and Standards*, de Joseph Rosin, D. Van Nostrand Co., Inc., New York, NY, USA, et *United States Pharmacopoeia*.

4) Nonidet P-40, de Shell Chemicals, convient pour cette application. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Tout autre type de surfactant non ionique peut être utilisé comme équivalent.



**6.6 Fluide de dispersion:** Une solution de 20 cm<sup>3</sup> d'éthanol (6.2) et 80 cm<sup>3</sup> d'eau (6.1) contenant un surfactant (6.3). La solution peut être ajustée de pH 9,0 à pH 10,0 en utilisant 0,1 mol/dm<sup>3</sup> NaOH.

## 7 Échantillonnage

Prélever des échantillons de noir de carbone, au hasard, dans des lots de grande dimension, sous forme granulée ou non granulée, conformément à l'ISO 1124. Étiqueter et conserver les échantillons en vue du stockage ou d'analyses ultérieures.

## 8 Étalonage

**8.1** Le mode opératoire suivant doit assurer que les agglomérats de noirs de carbone sont complètement dispersés en agrégats.

**8.2** Préparer un échantillon d'ITRB (ou ITRB-2) suivant les instructions de [l'Article 9](#).

**8.3** Choisir l'énergie de sonification et le mode de sonification (par exemple mode pulsé) de façon à appliquer 0,005 kWh (18 kJ). Cela peut être typiquement obtenu par une puissance de 60 W et une durée de sonification de 5 min.

**8.4** Démarrer la sonification et appuyer sur le bouton de démarrage du compteur d'énergie, qui est branché entre l'alimentation et le cordon d'alimentation de l'émetteur d'ultrasons.

**8.5** Arrêter la sonification après 5 min (après 5 min presser le bouton d'arrêt du compteur d'énergie et lire la consommation en énergie, exprimée en kWh).

**8.6** Si l'ITRB ou l'ITRB-2 est entièrement dispersé, cela donnera un diamètre de Stokes moyen («Moyenne») de 105 nm ± 5 nm (99 nm ± 5 nm pour l'ITRB-2).

**8.7** Soumettre à essai l'ITRB ou l'ITRB-2 comme un noir de carbone normalisé sur une base régulière avant de soumettre à essai les échantillons réels.

**8.8** Si la valeur de la norme est trop élevée, augmenter le temps et/ou la puissance de sonification ou changer les pointes du sonificateur.

NOTE Les pointes du sonificateur se détériorent avec le temps.

## 9 Préparation de l'échantillon d'essai

**9.1** Peser 20 mg de noir de carbone dans une coupelle de pesée.

Si le logiciel ne peut pas traiter les valeurs de turbidité élevées, réduire la masse de l'échantillon.

**9.2** Ajouter jusqu'à 20 cm<sup>3</sup> du fluide de dispersion (6.6).

**9.3** Disperser par ultrasons pendant la durée trouvée durant l'étalonnage ([Article 8](#)), avec le récipient de dispersion immergé dans un liquide refroidissant tel que de l'eau glacée afin de minimiser l'effet de réchauffement libéré par l'énergie sonore pendant la sonification. La température de l'échantillon d'essai doit être approximativement la même que la température ambiante, afin de réduire au minimum les gradients de température dans le disque.

La sonification des échantillons d'essai doit être prolongée si l'on observe un écoulement, ou si le dernier traitement par ultrasons remonte à plus de 1 h.