
**Ingrédients de mélange du
caoutchouc — Noir de carbone —
Détermination de la transmittance
spectrale de l'extrait toluénique**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination
of light transmittance of toluene extract*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3858:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-
d5ef5fca9528/iso-3858-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3858:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, Geneva
Tél.: +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 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Préparation de l'échantillon	3
8 Conditions d'essai	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Normalisation du spectrophotomètre.....	3
9.2 Essais sur les échantillons.....	4
10 Fidélité	5
11 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Données de fidélité	6
Bibliographie	8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3858:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018>

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).

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).

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.

(standards.iteh.ai)

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.

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 quatrième édition annule et remplace la troisième (ISO 3858:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à la précédente édition sont comme suit:

- mise à jour des références normatives à [l'Article 2](#);
- ajout d'un article pour les termes et définitions ([Article 3](#));
- modification des Notes dans [l'Article 6](#);
- modification des conditions d'essai ([Article 8](#)).

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique du noir de carbone pour l'industrie du caoutchouc comme moyen de mesure de la décoloration provoquée par les matières extractibles.

La valeur de la transmittance spectrale fournit une estimation du degré de décoloration causé par la matière présente à la surface du noir de carbone, qui est extractible par le toluène (extrait toluénique).

Cette méthode peut ne pas être applicable aux noirs de carbone qui ont un extrait toluénique élevé.

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 du caoutchouc — Procédures d'échantillonnage sur des livraisons de noir de carbone*

ISO 1126:2015, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur*

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

4 Principe

Un échantillon de noir de carbone est séché et une prise d'essai est pesée et mélangée avec un volume mesuré de toluène à température ambiante. Le mélange est filtré et une portion du filtrat est transvasée dans une cuve d'absorption. La transmittance spectrale du filtrat est mesurée par rapport au toluène pur, à l'aide d'un spectrophotomètre réglé à une longueur d'onde sélectionnée.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Toluène, de qualité analytique reconnue, CAS n° 108-88-3.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, avec ce qui suit.

6.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

6.2 Étuve, de préférence à tirage naturel, permettant de maintenir une température de 125 °C à ±1 °C et une uniformité de la température à ±5 °C.

6.3 Spectrophotomètre, avec une lampe au tungstène, une bande passante de 20 nm de largeur au maximum, permettant la mesure de la transmittance en pourcentage pour une longueur d'onde de 425 nm. L'appareil doit être de type à prisme ou réseau de haute résolution, éliminant ainsi l'utilisation d'un filtre optique. Il doit être utilisé selon le manuel d'utilisation du fabricant pour des performances optimales. Certains appareils peuvent nécessiter l'utilisation d'un stabilisateur de tension dans le circuit d'alimentation électrique, afin de compenser des variations de tension de plus de 4 V.

NOTE Des modèles courants de photomètres peuvent être utilisés. Toutefois, ils peuvent différer par la largeur de la bande passante par rapport au modèle spécifié et donner ainsi des résultats différents de transmittance spectrale. Il est recommandé d'étalonner ces appareils pour toute la gamme utile de transmittance spectrale par rapport à un spectrophotomètre de haute résolution (ayant, par exemple, une bande passante de 2 nm de largeur pour une longueur d'onde de 425 nm) pour la correction éventuelle des lectures.

6.4 Cuves d'absorption, à faces parallèles planes, polies à 10 nm près.

La distance intérieure entre les faces parallèles doit être de 10 mm ± 0,05 mm.

NOTE 1 Si le parcours optique à travers la cuve n'est pas égal à 10 mm, la transmittance spectrale que l'on obtiendrait avec une cuve de 10 mm est donnée par la [Formule \(1\)](#).

$$\log_{10} \tau_0 = \frac{10}{L} \times \log_{10} \tau - \frac{20}{L} + 2 \quad (1)$$

où

τ_0 est le pourcentage de transmittance spectrale à travers une cuve de 10 mm;

τ est le pourcentage de transmittance spectrale observée à travers la cuve utilisée;

L est la longueur du parcours optique de la cuve utilisée, en millimètres.

6.5 Fioles coniques, de 100 cm³ ou 125 cm³ de capacité, munies de bouchons rodés en verre.

6.6 Éprouvette graduée, d'une capacité de 50 cm³, avec trait de repère tous les centimètres cubes, ou **distributeur automatique**, de type bouteille.

6.7 Entonnoir de filtration, de 75 mm de diamètre intérieur au sommet, en verre chimiquement inerte.

6.8 Papier-filtre, de 150 mm de diamètre, exempt de matières extractibles par le toluène et capable de retenir tout le noir de carbone.

6.9 Béchers, de 50 cm³ ou 100 cm³ de capacité, avec bec verseur.

6.10 Chiffon, non pelucheux, ou **tissu pour verres optiques**.

6.11 Cotons-tiges.

6.12 Hotte fermée, entièrement fermée sur trois côtés, avec une aspiration de fumée suffisante, ainsi qu'un ventilateur et un moteur à l'épreuve des étincelles.

6.13 Récipient de sûreté, pour éliminer le toluène utilisé et les extraits de noirs de carbone.

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 1124.

7.2 Sécher environ 4 g de l'échantillon de noir de carbone pendant 1 h à une température de 125 °C dans l'étuve (6.2) comme spécifié dans l'ISO 1126:2015, méthode 1. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante. Laisser l'échantillon sec dans le dessiccateur jusqu'au moment de l'essai.

Le noir de carbone ne doit pas être séché à une température plus élevée que celle spécifiée, ni séché au moyen de lampes à infrarouge, car une partie des matières extractibles risquerait de s'évaporer et de fausser les résultats.

NOTE Le séchage est facultatif pour les noirs de carbone produits au moyen d'un procédé par voie sèche, tels que les noirs de carbone thermiques.

8 Conditions d'essai

L'essai doit être effectué dans des conditions normalisées, à 23 °C ± 2 °C ou à 27 °C ± 2 °C. Le réactif et l'appareillage doivent être laissés dans le local d'essai pendant une période suffisante pour leur permettre d'atteindre la température ambiante avant d'être utilisés.

IMPORTANT — Le toluène est un produit dangereux; en conséquence, cet essai doit être effectué sous une hotte fermée avec une aspiration de fumée suffisante. Tout moteur, ventilateur, etc. ne doit pas produire d'étincelles. La hotte doit aussi être exempte de toutes autres fumées ou vapeurs susceptibles de contaminer le réactif ou l'appareillage utilisé et d'altérer ainsi les résultats.

9 Mode opératoire

9.1 Normalisation du spectrophotomètre

9.1.1 Laisser le spectrophotomètre (6.3) chauffer pendant la durée spécifiée dans le manuel d'utilisation de l'appareil.

9.1.2 Régler la longueur d'onde de l'appareil à 425 nm. Vérifier la lecture à zéro de l'instrument et la régler si nécessaire.

9.1.3 Placer un papier-filtre (6.8) dans un entonnoir (6.7) et filtrer environ 30 cm³ de toluène (5.1) dans une fiole conique (6.5), et fermer la fiole hermétiquement.

9.1.4 Verser une partie du toluène filtré dans un bécher (6.9).

9.1.5 À l'aide du bec verseur du bécher, rincer trois fois une cuve d'absorption (6.4) avec du toluène filtré, en la remplissant environ jusqu'au tiers chaque fois.

Ne manipuler la cuve d'absorption qu'en la prenant par les côtés en verre dépoli. Ne jamais toucher avec les doigts les faces polies et transparentes.

9.1.6 Remplir la cuve d'absorption avec du toluène filtré et essuyer minutieusement l'extérieur de la cuve avec le chiffon ou le tissu pour verres optiques (6.10), tout en maintenant la cuve devant une source de lumière suffisante pour un contrôle approprié.

Le contenu de la cuve doit être exempt de tout contaminant, par exemple des fibres, qui pourrait entraîner une diffusion de la lumière et fausser les résultats. Si nécessaire, nettoyer l'intérieur avec un coton-tige (6.11), ou essuyer de nouveau l'extérieur jusqu'à ce qu'il soit parfaitement propre. Si le nettoyage de l'intérieur de la cuve est nécessaire, recommencer ensuite le mode opératoire comme indiqué en 9.1.5.

9.1.7 Placer la cuve d'absorption dans le spectrophotomètre et régler l'appareil sur 100 % de transmittance spectrale, en utilisant une longueur d'onde de 425 nm.

9.2 Essais sur les échantillons

9.2.1 À l'exception des noirs de carbone N990, N991, N907 et N908, peser $2 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de noir de carbone séché et introduire cette prise d'essai dans une fiole conique (6.5).

Pour les noirs de carbone N990 et N991, peser $5,0 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de noir; pour les noirs de carbone N907 et N908, peser $3,0 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de noir.

9.2.2 À l'aide de l'éprouvette graduée ou du distributeur automatique (6.6), ajouter $20 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de toluène dans une fiole conique contenant la prise d'essai et boucher la fiole (pour les noirs de carbone N990 et N991, ajouter $50 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de toluène, pour les noirs de carbone N907 et N908, ajouter $30 \text{ cm}^3 \pm 0,5 \text{ cm}^3$ de toluène).

Si nécessaire, de plus grandes quantités pour la prise d'essai et le toluène peuvent être utilisées, mais elles doivent rester dans le rapport de 10 cm^3 de toluène pour 1 g de noir de carbone.

9.2.3 Dans un délai de 5 s après l'ajout du toluène, agiter vigoureusement le mélange à la main pendant 60 s à 65 s. Sinon, un agitateur mécanique pouvant assurer une agitation énergique à une cadence d'environ 240 coups par minute peut être utilisé.

9.2.4 Immédiatement après l'agitation, filtrer le mélange avec un entonnoir (6.7) et un papier-filtre (6.8) dans une seconde fiole conique (6.5), et boucher la fiole.

Si des traces de noir de carbone subsistent dans le filtrat, rejeter ce dernier et recommencer.

Changer de papier-filtre pour chaque prise d'essai.

AVERTISSEMENT — Les noirs de carbone peuvent contenir des composés aromatiques polycycliques, dont certains sont des cancérigènes connus. Si tel est le cas, ces composés sont si étroitement liés au noir de carbone qu'ils sont biologiquement inactifs, mais ils peuvent être éliminés par le mode opératoire spécifié dans le présent document. Il convient de prendre un soin tout particulier pour éviter le contact de la peau avec les extraits par solvant provenant des noirs de carbone.

9.2.5 Au moyen d'une cuve d'absorption de même transmittance que celle utilisée en 9.1.5, ou, si possible, la même cuve, répéter avec le filtrat (voir 9.2.4) les opérations décrites de 9.1.4 à 9.1.6.

9.2.6 Placer la cuve d'absorption dans le spectrophotomètre normalisé (voir [9.1](#)), et enregistrer la transmittance en pourcentage pour une longueur d'onde de 425 nm à 1 % près.

9.2.7 Rincer la cuve d'absorption avec du toluène propre ([5.1](#)) immédiatement après chaque détermination.

9.2.8 Si possible, corriger les valeurs de transmittance indiquées par le spectrophotomètre conformément à la note du [6.3](#) et la note du [6.4](#) et enregistrer le résultat à 1 % près.

10 Fidélité

Voir l'[Annexe A](#).

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 3858;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) une indication de la largeur de bande passante spectrale du spectrophotomètre;
- d) les résultats de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique, généralement arrondis à 1 % près;
- e) la date de l'essai.

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3858:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e766b28d-2316-4bde-8244-d5ef5fca9528/iso-3858-2018>