
**Ingrédients de mélange du
caoutchouc — Noir de carbone —
Détermination du pouvoir colorant**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination
of tinting strength*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 5435:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10ec448e-3f8d-4f2b-88c3-f34cd5952002/iso-5435-2017>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 5435:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10ec448e-3f8d-4f2b-88c3-f34cd5952002/iso-5435-2017>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	2
7 Conditions d'essai	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation des pâtes	3
8.2 Modes opératoires individuels	4
8.2.1 Généralités	4
8.2.2 Mesurages utilisant l'appareil Erichsen Tint Tester	4
8.2.3 Mesurages utilisant le réflectomètre Densichron (méthodes avec applicateur de film ou rouleau lamineur)	6
8.2.4 Mesurages utilisant l'appareil Meeco Colormaster	8
8.2.5 Mesurages utilisant l'appareil Hunter Miniscan	10
8.2.6 Mesurages utilisant l'appareil Photochron	11
9 Expression des résultats	12
10 Fidélité	13
11 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Données de fidélité	14
Bibliographie	16

ISO 5435:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/10ec448e-3f8d-4f2b-88c3-f34cd5952002/iso-5435-2017>

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.

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 cinquième édition annule et remplace la quatrième (ISO 5435:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- dans tout le texte, ITRB a été remplacé par ITRB ou ITRB-2, car ces deux références de teinte sont utilisées;
- l'[Article 5](#) relatif aux réactifs et ses notes de bas de page ont été mis à jour en fonction des matières et matériels actuellement disponibles;
- une note a été ajoutée à l'[Article 5](#) pour encourager l'utilisation de matériaux spécifiés uniquement;
- en [A.2.1](#), le type de matériels utilisés lors du programme d'essais interlaboratoires (ITP) en 2005 a été ajouté.

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination du pouvoir colorant

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des règles appropriées en matière de sécurité et d'hygiène et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination du pouvoir colorant de noirs de carbone par rapport à un noir industriel de référence.

La méthode est basée sur l'utilisation de cinq instruments commerciaux différents. D'autres instruments peuvent être utilisés si les résultats d'essais pour les noirs de référence normalisés sont dans les limites de contrôle données dans l'ASTM D4821.

NOTE Le réflectomètre Densichron et le Meeco Colormaster ne sont plus disponibles dans le commerce, mais leurs modes opératoires sont inclus à l'usage des utilisateurs qui emploient toujours ces instruments.

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 1126, *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 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 industriel de référence (ITRB ou ITRB-2) est mélangé à de l'oxyde de zinc et à un plastifiant liquide. La pâte obtenue est broyée et homogénéisée, puis étalée en une couche d'épaisseur régulière. Sa réflectance lumineuse est mesurée à l'aide d'un réflectomètre sensible aux différentes nuances de gris.

Un échantillon pour essai est mélangé et sa réflectance lumineuse est mesurée de la même manière et, à l'aide des deux valeurs de réflectance lumineuse, le pouvoir colorant relatif de l'échantillon est déterminé.

5 Réactifs

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

NOTE Les utilisateurs du présent document sont fortement encouragés à utiliser uniquement les matériaux mentionnés ci-dessous. D'autres types d'huile ou d'oxyde de zinc peuvent entraîner des problèmes lors de la préparation et de l'étagage des pâtes et peuvent donner des résultats d'essais erronés.

5.1 Huile de soja époxydée¹⁾, utilisée en tant que plastifiant, de densité relative 0,92 à 0,99.

Il est essentiel que l'huile de soja époxydée soit maintenue au-dessus de 20 °C pour éviter toute turbidité pouvant conduire à des résultats erronés.

5.2 Noir industriel de référence (ITRB ou ITRB-2)²⁾.

Des différences mineures peuvent avoir lieu selon le noir de référence utilisé: ITRB ou ITRB-2. Dans ce cas, les parties impliquées doivent s'accorder sur les matières premières communes ou doivent déterminer un facteur de correction à appliquer aux résultats d'essai.

5.3 Oxyde de zinc, (oxyde de zinc coloré)³⁾.

5.4 Noirs de référence⁴⁾.

6 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

6.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

1) Une huile de soja époxydée appropriée est disponible auprès de Balentine Enterprises, Inc., dba Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset St., Borger, TX 79007, USA, www.carbonstandard.com. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) L'ITRB est épuisé. L'ITRB-2 est disponible auprès de Balentine Enterprises, Inc., dba Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset St., Borger, TX 79007, USA, www.carbonstandard.com. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

3) L'oxyde de zinc coloré est disponible auprès de Balentine Enterprises, Inc., dba Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset St., Borger, TX 79007, USA, www.carbonstandard.com. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

4) Les noirs de références sont disponibles auprès de Balentine Enterprises, Inc., dba Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset St., Borger, TX 79007, USA, www.carbonstandard.com. 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. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.2 Broyeur automatique Muller ⁵⁾.

6.3 Étuve, de type à convection par gravité, de température pouvant être réglée à ± 1 °C à 125 °C et la température restant uniforme à ± 5 °C près.

6.4 Couteaux à palette flexible, de préférence conique, en acier inoxydable, de 100 mm à 150 mm de long.

6.5 Seringue, à remplissage automatique, précise à 0,02 cm³.

6.6 Appareil de mesure de la lumière, sensible aux variations de réflectance lumineuse dans les nuances de gris (voir le mode opératoire approprié à [l'Article 8](#)).

6.7 Appareillage pour étaler la pâte (voir le mode opératoire approprié à [l'Article 8](#)).

7 Conditions d'essai

Il convient d'effectuer l'essai, de préférence, dans les conditions normales de température et d'humidité, c'est-à-dire 23 °C \pm 2 °C et (50 \pm 5) % d'humidité relative ou 27 °C \pm 2 °C et (65 \pm 5) % d'humidité relative.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation des pâtes

8.1.1 Sécher l'oxyde de zinc ([5.3](#)) et le noir de carbone conformément à l'ISO 1126. En outre, ne sécher que la quantité nécessaire d'ITRB ou d'ITRB-2 ([5.2](#)), car un nouveau séchage ultérieur n'est pas recommandé.

8.1.2 Peser la quantité nécessaire de noir de carbone ou d'ITRB ou d'ITRB-2, respectivement (voir [8.1.10](#) et [8.1.11](#)) à 1 mg près (l'écrasement des granules de noir de carbone est bénéfique). Peser 3,750 g \pm 1 mg d'ITZnO.

8.1.3 À l'aide de la seringue ([6.5](#)), introduire 2,2 cm³ de plastifiant ([5.1](#)) au centre du plateau de verre inférieur du broyeur automatique ([6.2](#)). S'il est difficile de préparer la pâte avec 2,0 cm³ de plastifiant, il est possible de n'en utiliser que 2,2 cm³.

8.1.4 Placer l'ITZnO et le noir de carbone au centre de la flaque de plastifiant.

8.1.5 Mélanger intimement les trois ingrédients à l'aide du couteau à palette ([6.4](#)).

8.1.6 Régler la pression entre les plateaux du broyeur à 0,017 MPa (force de 445 N sur des plateaux de 18,4 cm de diamètre), en plaçant sur le bras l'une des masses supplémentaires fournies avec l'appareil. Fermer les plateaux et effectuer 25 tours.

8.1.7 Ouvrir les plateaux, racler avec un couteau à palette le plus de pâte possible sur le plateau supérieur et la déposer sur le plateau inférieur. Ensuite, faire tourner le plateau inférieur et, à l'aide du

5) Hoover Automatic Muller, Modèle M5, de Hoover Color Corp., PO Box 218, State Highway 693, Hiwassee, VA 24347, USA (e-mail: hoover@hoovercolor.com), et Automatic Pigment Muller, Modèle JEL 25/53, de J. Engelsmann AG, Frankenthaler Str. 137-141, D-67059 Ludwigshafen, Allemagne (e-mail: info@engelsmann.de) sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. 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 du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

couteau à palette, étaler la pâte circulairement sur le plateau, puis ramener toute la pâte vers le centre. Répéter cette opération deux fois supplémentaires.

8.1.8 Recommencer trois fois les étapes 8.1.6 et 8.1.7, c'est-à-dire pour un total de 4×25 tours.

8.1.9 Enlever la pâte et la placer sur une surface propre et lisse.

Il convient de soumettre les pâtes à essai immédiatement. En aucun cas, elles ne doivent être conservées plus de 24 h.

8.1.10 Pour l'étalonnage, préparer des pâtes en double en utilisant les masses de noir de carbone indiquées dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Masses de noir de carbone

ITRB ou ITRB-2 g	Valeur de pouvoir colorant d'étalonnage %
0,090	90 unités
0,100	100 unités
0,110	110 unités
0,120	120 unités
0,130	130 unités
0,140	140 unités

8.1.11 Pour la détermination du pouvoir colorant d'échantillons pour essai, préparer des pâtes en double en utilisant

— 0,100 g pour les séries de noirs de carbone de N100 à N400;

— 0,200 g pour les séries de noirs de carbone de N500 à N700.

8.2 Modes opératoires individuels

8.2.1 Généralités

Les instructions suivantes concernent différents types d'instruments commerciaux (6.6).

Tous les instruments doivent être utilisés conformément aux instructions du fabricant.

8.2.2 Mesurages utilisant l'appareil Erichsen Tint Tester

8.2.2.1 Appareillage (en plus de celui spécifié de 6.1 à 6.5)

Appareillage courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

8.2.2.1.1 Erichsen Tint Tester⁶⁾, modèle 517 ou 527.

NOTE Le modèle 527 possède une tête conçue spécialement pour que la pâte ne touche pas la lentille.

6) Erichsen Tint Tester® est l'appellation commerciale d'un appareil distribué par Erichsen GmbH u. Co KG, Am Iserbach 14, D-58675 Hemer, Allemagne (e-mail: info@erichsen.de). 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.

8.2.2.1.2 Applicateur de film, avec jauge de 0,08 mm de profondeur pour pouvoir tirer un film humide de 0,04 mm d'épaisseur.

8.2.2.1.3 Plaque de verre, d'environ 750 mm × 500 mm × 10 mm.

8.2.2.2 Étalonnage

8.2.2.2.1 Mettre en marche l'appareil et le régler conformément aux instructions du fabricant. Nettoyer la plaque de verre (8.2.2.1.3) avec un chiffon de manière à éliminer tout film et toutes particules de poussière. À l'aide d'un couteau à palette propre (6.4), placer une portion d'une des pâtes mélangées correspondant à 100 % du pouvoir colorant d'étalonnage (voir 8.1.10) à l'extrémité supérieure de la plaque de verre et l'étaler presque jusqu'en bas. En utilisant l'applicateur de film (8.2.2.1.2), étaler la pâte d'un bord à l'autre en 2 s à 3 s environ.

8.2.2.2.2 Placer la tête du réflectomètre sur la pâte étalée.

Ajuster le compteur pour lire 3,0 pour au moins trois lectures, toutes réalisées à une distance minimale de 75 mm du bord supérieur du film. Si les résultats varient, récupérer la pâte et tirer un nouveau film.

8.2.2.2.3 Étaler la pâte doublon parallèlement à la première comme en 8.2.2.2.1. Sans modifier les réglages, effectuer trois lectures sur la pâte doublon. Si les résultats varient, récupérer la pâte et tirer un nouveau film. Ces pâtes sont acceptables si une lecture de $3,0 \pm 0,02$ est obtenue sur la pâte doublon.

NOTE Il est avantageux d'avoir les deux films côte à côte.

8.2.2.2.4 Si ces pâtes sont acceptables, les mélanger toutes les deux à l'aide d'un couteau à palette (6.4).

8.2.2.2.5 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte et déterminer sa réflectance selon le même mode opératoire.

8.2.2.2.6 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas plus de 0,02 unités.

8.2.2.2.7 Déterminer la réflectance des pâtes d'étalonnage restantes (voir 8.1.10), en effectuant trois lectures sur chacune d'elles.

8.2.2.2.8 Porter sur un graphique les valeurs moyennes obtenues en fonction des valeurs de pouvoir colorant d'étalonnage ou déterminer l'équation de régression.

NOTE L'équation n'est pas obligatoirement linéaire.

8.2.2.2.9 Vérifier périodiquement le bon étalonnage et la normalisation de l'appareillage, des réactifs, des matériaux et du mode opératoire, selon les besoins, en utilisant les noirs de référence (5.4).

8.2.2.3 Détermination du pouvoir colorant d'un échantillon pour essai

8.2.2.3.1 Préparer des pâtes en double correspondant à 100 % du pouvoir colorant d'étalonnage comme décrit de 8.1.1 à 8.1.10.

8.2.2.3.2 Préparer les films de pâte étalée et régler l'appareil à 3,0 comme décrit de 8.2.2.2.1 à 8.2.2.2.6.

8.2.2.3.3 En utilisant la masse d'échantillon pour essai appropriée (voir 8.1.11), préparer des pâtes en double comme décrit de 8.1.1 à 8.1.9.

8.2.2.3.4 Déterminer la réflectance des pâtes contenant l'échantillon pour essai en effectuant trois lectures sur chacune d'elles.

8.2.2.3.5 Déterminer le pouvoir colorant de l'échantillon pour essai en utilisant le graphique ou à l'aide de l'équation de régression déterminée en [8.2.2.2.8](#).

8.2.3 Mesurages utilisant le réflectomètre Densichron (méthodes avec applicateur de film ou rouleau lamineur)

8.2.3.1 Appareillage (en plus de celui spécifié de [6.1](#) à [6.5](#))

Appareillage courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

8.2.3.1.1 Réflectomètre Densichron, pour la méthode par étalage de film.

8.2.3.1.2 Applicateur de film, avec jauge de 0,08 mm de profondeur pour obtenir un film humide de 0,04 mm d'épaisseur.

8.2.3.1.3 Plaque de verre, d'environ 750 mm × 500 mm × 10 mm.

8.2.3.1.4 Rouleau lamineur, pour la méthode au rouleau lamineur.

8.2.3.2 Étalonnage

8.2.3.2.1 Méthode par étalage de film de pâte

8.2.3.2.1.1 Nettoyer la plaque de verre ([8.2.3.1.3](#)) avec un chiffon de manière à éliminer tout film ou toutes particules de poussière. À l'aide d'un couteau à palette propre ([6.4](#)), placer une portion d'une des pâtes mélangées correspondant à 100 % du pouvoir colorant d'étalonnage (voir [8.1.10](#)) à l'extrémité supérieure de la plaque de verre et l'étaler presque jusqu'en bas. En utilisant l'applicateur de film ([8.2.3.1.2](#)), étaler la pâte d'un bord à l'autre en 2 s à 3 s environ.

8.2.3.2.1.2 Mettre le sélecteur en position 2 et utiliser la tête de lecture sans filtre.

Si la tête N° 3882A est utilisée, utiliser une ouverture de 4,76 mm.

Placer la tête du réflectomètre sur la pâte étalée. Ajuster le compteur pour lire une valeur de réflectance de 80 pour au moins trois lectures, toutes réalisées à une distance minimale de 75 mm du bord supérieur du film. Si les résultats varient, récupérer la pâte et tirer un nouveau film.

8.2.3.2.1.3 Étaler la pâte doublon parallèlement à la première comme en [8.2.3.2.1.1](#). Sans modifier les réglages, effectuer trois lectures sur la pâte doublon. Si les résultats varient, récupérer la pâte et tirer un nouveau film. Ces pâtes sont acceptables si une lecture de $80 \pm 0,5$ est obtenue sur la pâte doublon.

NOTE Il est avantageux d'avoir les deux films côte à côte.

8.2.3.2.1.4 Si ces pâtes sont acceptables, les mélanger toutes les deux à l'aide d'un couteau à palette ([6.4](#)).

8.2.3.2.1.5 Si les pâtes ne sont pas acceptables, préparer une autre pâte contenant 0,100 g d'ITRB ou d'ITRB-2 et vérifier en utilisant le même mode opératoire.

8.2.3.2.1.6 Mélanger ensemble deux des trois pâtes qui ne diffèrent pas de plus de 0,5 unités.