

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2021-03-31

Vote clos le:
2021-05-26

Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles —

Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber, raw — Determination of volatile-matter content —
Part 1: Hot-mill method and oven method*
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 248-1](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0309dead-1f8b-4bc8-9617-2b17f82dc189/iso-fdis-248-1>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 248-1:2021(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 248-1

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0309dead-1f8b-4bc8-9617-2b17f82dc189/iso-fdis-248-1>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

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	2
4 Principe	2
4.1 Méthode par mélangeage à chaud.....	2
4.2 Méthode par étuvage.....	2
5 Méthode par mélangeage à chaud	2
5.1 Généralité.....	2
5.2 Appareillage.....	2
5.3 Mode opératoire.....	3
5.3.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A.....	3
5.3.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B.....	3
5.4 Expression des résultats.....	3
5.4.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A.....	3
5.4.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B.....	4
6 Méthode par étuvage	4
6.1 Généralité.....	4
6.2 Appareillage.....	4
6.3 Mode opératoire.....	5
6.3.1 Méthode par étuvage, mode opératoire A.....	5
6.3.2 Méthode par étuvage, mode opératoire B.....	6
6.4 Expression des résultats.....	6
6.4.1 Méthode par étuvage, mode opératoire A.....	6
6.4.2 Méthode par étuvage, mode opératoire B.....	7
7 Fidélité	7
8 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Choix de la méthode d'essai appropriée	9
Annexe B (normative) Homogénéisation	10
Annexe C (informative) Fidélité	11
Bibliographie	13

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 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 seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 248-1:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- au [6.2.1](#), mise à jour de la tolérance de la température de l'étuve;
- aux [6.3.1](#) et [6.3.2](#), mise à jour du mode opératoire: masse de l'échantillon, séchage de la prise d'essai, température, exigences relatives au plateau en aluminium;
- mise à jour des formules;
- dans l'[Annexe B](#), mise à jour du mode opératoire d'homogénéisation pour le caoutchouc naturel;
- Dans l'[Annexe C](#), ajout des données de fidélité issues de l'ITP réalisé en 2020 pour le caoutchouc naturel.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 248 se trouve sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles —

Partie 1:

Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage

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.

IMPORTANT — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes pour la détermination de la teneur en matières volatiles des caoutchoucs bruts par mélangeage à chaud ou par étuvage.

Ces méthodes sont applicables à la détermination de la teneur en matières volatiles des caoutchoucs du groupe «R» répertoriés dans l'ISO 1629. Ce sont des caoutchoucs ayant une chaîne carbonée non saturée, par exemple le caoutchouc naturel et les caoutchoucs synthétiques dérivés, au moins partiellement, de diènes conjugués. Ces méthodes peuvent également être applicables à d'autres caoutchoucs mais, dans ces cas, il est nécessaire de démontrer que la variation de masse n'est due qu'à la perte des matières volatiles d'origine et non à la dégradation du caoutchouc.

La méthode par mélangeage à chaud n'est pas applicable au caoutchouc naturel, aux caoutchoucs synthétiques qui sont trop difficiles à traiter par mélangeage à chaud ou aux caoutchoucs synthétiques en poudre ou en chips.

Les méthodes d'essai n'aboutissent pas nécessairement aux mêmes résultats. Par conséquent, en cas de litige, la méthode par étuvage, mode opératoire A, est la méthode de référence.

NOTE L'applicabilité de chaque méthode d'essai aux différents types de caoutchouc est résumée dans l'[Annexe A](#).

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1795 ainsi que les 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:

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

3.1 prise d'essai

quantité de caoutchouc prélevée dans l'échantillon pour essai ou dans l'échantillon pour laboratoire pour les besoins d'un essai spécifique unique, par exemple la quantité réellement pesée et utilisée pour une détermination unique de la teneur en matières volatiles

4 Principe

4.1 Méthode par mélangeage à chaud

Une prise d'essai est mise en feuille mince sur des cylindres chauffés, jusqu'à disparition de toutes les matières volatiles. La perte de masse au cours du mélangeage est calculée et exprimée en tant que teneur en matières volatiles.

4.2 Méthode par étuvage

Une prise d'essai est séchée dans une étuve jusqu'à obtention d'une masse constante. La perte de masse est calculée et exprimée en tant que teneur en matières volatiles.

5 Méthode par mélangeage à chaud

5.1 Généralité

5.1.1 Deux modes opératoires sont spécifiés, comme suit.

- Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A: un échantillon pour essai est homogénéisé à l'aide d'un mélangeur de laboratoire, et une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé est séchée au moyen d'un mélangeur à chaud jusqu'à obtention d'une masse constante.
- Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B: une prise d'essai est séchée au moyen d'un mélangeur à chaud jusqu'à obtention d'une masse constante.

NOTE Le mode opératoire B est une méthode simplifiée qui ne comprend pas de phase d'homogénéisation.

5.1.2 Si l'échantillon s'écaille ou devient collant sur les cylindres du mélangeur à chaud, rendant la pesée difficile ou impossible, la méthode par étuvage doit être utilisée.

5.1.3 Le nombre de prises d'essai doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

5.2 Appareillage

5.2.1 **Mélangeur**, conforme aux exigences de l'ISO 2393.

5.2.2 **Balance**, permettant de peser à 0,1 g près.

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A

5.3.1.1 Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses m_1 et m_2 , respectivement). Découper les prises d'essai nécessaires pour les analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

5.3.1.2 Régler l'écartement des cylindres du mélangeur à $0,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$, en utilisant des bandes de plomb, comme spécifié dans l'ISO 2393. Maintenir la température de surface des cylindres à $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.

5.3.1.3 Passer plusieurs fois une prise d'essai pesée (masse m_3), de préférence de 100 g ou plus, prélevée de l'échantillon homogénéisé, dans le mélangeur pendant 4 min. Ne pas laisser la prise d'essai s'agglomérer et prendre soin d'éviter toute perte de caoutchouc. Peser la prise d'essai à 0,1 g près. Passer à nouveau la prise d'essai dans le mélangeur pendant encore 2 min et la peser à nouveau. Si les masses à la fin des périodes de 4 min et 6 min diffèrent de moins de 0,1 g, calculer la teneur en matières volatiles.

Dans le cas contraire, poursuivre le passage de la prise d'essai dans le mélangeur pendant des périodes de 2 min jusqu'à ce que la réduction de masse ne dépasse pas 0,1 g entre deux pesées successives (masse finale m_4). Avant chaque pesée, laisser refroidir la prise d'essai à température ambiante dans un dessiccateur.

iTeh STANDARD PREVIEW

5.3.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B

5.3.2.1 Prélever une prise d'essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire et la peser à 0,1 g près (masse m_5).

5.3.2.2 Régler l'écartement des cylindres du mélangeur à $0,25 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$, en utilisant des bandes de plomb, comme spécifié dans l'ISO 2393. Maintenir la température de surface des cylindres à $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$. Faire passer à plusieurs reprises la prise d'essai dans le mélangeur pendant 4 min. Ne pas laisser la prise d'essai former un manchon et prendre soin d'éviter toute perte de matière. Peser à 0,1 g près, suivi par des passages dans le mélangeur pendant 2 min supplémentaires et peser à nouveau.

5.3.2.3 Si la différence de masse de la prise d'essai, avant et après passage dans le mélangeur, est inférieure à 0,1 g, la prise d'essai est considérée comme étant bien sèche. Si elle n'est pas bien sèche, poursuivre le passage de la prise d'essai dans le mélangeur pendant 2 min supplémentaires jusqu'à ce que la différence de masse soit inférieure à 0,1 g (masse finale m_6).

NOTE Le refroidissement dans un dessiccateur avant la pesée est souhaitable.

5.4 Expression des résultats

5.4.1 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire A

La teneur en matières volatiles w_1 , exprimée en fraction massique en pourcentage, est donnée par la Formule (1):

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai avant homogénéisation;
- m_2 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai après homogénéisation;
- m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant passage dans le mélangeur;
- m_4 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après passage dans le mélangeur.

5.4.2 Méthode par mélangeage à chaud, mode opératoire B

La teneur en matières volatiles w_2 , exprimée en fraction massique en pourcentage, est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad (2)$$

où

- m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant passage dans le mélangeur;
- m_6 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après passage dans le mélangeur.

6 Méthode par étuvage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Généralité

6.1.1 Deux modes opératoires sont spécifiés, comme suit.

- Méthode par étuvage, mode opératoire A: un échantillon pour essai est homogénéisé au moyen d'un mélangeur de laboratoire, et une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé est séchée dans une étuve jusqu'à obtention d'une masse constante. Si l'échantillon est sous forme de poudre, ou impossible à peser avant et après homogénéisation, un échantillon pour essai doit simplement être séchée, sans procéder à la phase d'homogénéisation.
- Méthode par étuvage, mode opératoire B: un échantillon pour essai est mis en feuille au moyen d'un mélangeur de laboratoire, puis une prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon pour essai en feuille est séchée dans une étuve jusqu'à masse constante. Si l'échantillon est sous forme de poudre, ou difficile à faire passer dans le mélangeur, la prise d'essai doit simplement être séchée, sans procéder à la mise en feuille. Ce mode opératoire est applicable uniquement pour les caoutchoucs synthétiques, le caoutchouc naturel exigeant une homogénéisation.

6.1.2 Le nombre de prises d'essai doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

6.2 Appareillage

- 6.2.1 **Étuve**, ventilée, de préférence à circulation d'air, pouvant être maintenue à $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$.
- 6.2.2 **Balance**, permettant de peser à 0,1 mg près.
- 6.2.3 **Mélangeur**, conforme aux exigences de l'ISO 2393.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 Méthode par étuvage, mode opératoire A

6.3.1.1 Caoutchouc naturel

6.3.1.1.1 Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses m_7 et m_8 , respectivement).. Laisser refroidir à température ambiante, avant la pesée finale. Découper les prises d'essai nécessaires pour les analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

6.3.1.1.2 Prélever une prise d'essai d'environ 10 g dans l'échantillon pour essai homogénéisé et la peser à 1 mg près (masse m_9).

6.3.1.1.3 Passer deux fois la prise d'essai dans le mélangeur, avec les cylindres à température ambiante et avec un écartement des cylindres permettant de produire une feuille de moins de 2 mm d'épaisseur.

6.3.1.1.4 Sécher la prise d'essai dans l'étuve maintenue à $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ pendant au moins 3 1/2 h, avec aérateurs ouverts et, si elle en est équipée, ventilateurs en marche. Disposer la prise d'essai de façon à présenter la surface la plus grande possible à l'air chaud. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur et peser. Répéter le chauffage jusqu'à ce que la différence entre des pesées successives effectuées à 30 min d'intervalle ne dépasse pas 1 mg (masse finale m_{10}).

6.3.1.1.5 Si l'échantillon est sous forme de poudre, prélever au hasard une prise d'essai d'environ 10 g et la placer dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre, qui a été pesée à 1 mg près (masse m_0). Peser la prise d'essai, y compris le verre de montre/capsule à 1 mg près (masse m_{11}). Sécher l'échantillon pour essai conformément à 6.3.1.1.4 et peser à 1 mg près la capsule contenant la prise d'essai séchée (masse finale m_{12}).

6.3.1.2 Caoutchouc synthétique

6.3.1.2.1 Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g à partir de l'échantillon de laboratoire conformément à l'ISO 1795 et l'homogénéiser conformément à l'Annexe B. Peser à 0,1 g près avant et après homogénéisation (masses m_7 et m_8 , respectivement).. Découper les prises d'essai pour les analyses chimiques et essais physiques à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé, si nécessaire.

6.3.1.2.2 Prélever une prise d'essai d'environ 10 g à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé et la peser à 1 mg près (masse m_9).

6.3.1.2.3 Passer deux fois la prise d'essai dans le mélangeur, la température des cylindres étant réglée à $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et avec un écartement permettant de produire une feuille de moins de 2 mm d'épaisseur.

6.3.1.2.4 Si la mise en feuille est impossible, prélever une prise d'essai d'environ 10 g à partir de l'échantillon pour essai homogénéisé et la découper manuellement en petits cubes de 2 mm à 5 mm de côté. Placer les cubes dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre, afin de faciliter la pesée. Peser à 1 mg près (masse m_9).

6.3.1.2.5 Sécher la prise d'essai pendant 1 h dans l'étuve, maintenue à $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, avec aérateurs ouverts et, si elle en est équipée, ventilateurs en marche. Disposer la prise d'essai de façon à présenter la surface la plus grande possible à l'air chaud. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur et peser à 1 mg près. Répéter le chauffage jusqu'à ce que la différence entre des pesées successives effectuées à 30 min d'intervalle ne dépasse pas 1 mg (masse finale m_{10}).

6.3.1.2.6 Si'il est difficile de peser la prise d'essai avant et après une phase d'homogénéisation en raison de sa tendance à coller à la surface des cylindres, prélever une prise d'essai d'environ 10 g à partir de l'échantillon de laboratoire et la découper manuellement en petits cubes de 2 mm à 5 mm de côté. Placer les cubes dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre, qui a été pesée à 1 mg près (masse m_0), afin de faciliter la pesée. Peser la prise d'essai, y compris le verre de montre/capsule, à 1 mg près (masse m_{11}). Sécher l'échantillon pour essai conformément à [6.3.1.1.4](#) et peser à 1 mg près (masse finale m_{12}).

6.3.1.2.7 Si l'échantillon est sous forme de poudre, prélever au hasard une prise d'essai d'environ 10 g et la placer dans un verre de montre ou une capsule en aluminium propre, qui a été pesée à 1 mg près (masse m_0) afin de faciliter la pesée. Peser la prise d'essai, y compris le verre de montre/capsule, à 1 mg près (masse m_5). Sécher l'échantillon pour essai conformément à [6.3.1.2.5](#) et peser la capsule contenant la prise d'essai séchée à 1 mg près (masse finale m_6).

6.3.2 Méthode par étuvage, mode opératoire B

6.3.2.1 Prélever un échantillon pour essai d'environ 250 g et le passer dans le mélangeur à cylindres, la température de surface des cylindres étant réglée à environ 30 °C et l'écartement des cylindres à 0,25 mm ± 0,05 mm, afin d'obtenir une feuille mince. Prélever deux prises d'essai d'environ 50 g à partir de l'échantillon pour essai mis en feuille, et peser chacune à 10 mg près (masse m_{11}). Sécher la prise d'essai conformément à [6.3.1.2.5](#). Retirer les prises d'essai de l'étuve et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Peser à nouveau à 10 mg près (masse m_{12}).

6.3.2.2 Si l'échantillon est sous forme de poudre ou si la mise en feuille est impossible, en raison de sa tendance à coller à la surface des cylindres ou à s'écailler, prélever deux prises d'essai d'environ 10 g directement à partir de l'échantillon de laboratoire. Découper les prises d'essai manuellement en petits cubes de 2 mm à 5 mm de côté, si nécessaire. Placer chaque prise d'essai dans une capsule en aluminium tarée, de 15 mm de profondeur et 60 mm de diamètre, ou de forme similaire, qui a été pesée (masse m_0), et peser la capsule comprenant la prise d'essai à 1 mg près (masse m_{15}). Sécher les capsules contenant les prises d'essai conformément à [6.3.1.2.5](#). Retirer les capsules de l'étuve et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Peser à nouveau à 1 mg près la capsule comprenant la prise d'essai séchée (masse m_{16}).

6.4 Expression des résultats

6.4.1 Méthode par étuvage, mode opératoire A

6.4.1.1 Si la prise d'essai est prélevée à partir d'un échantillon pour essai homogénéisé (voir [6.3.1.1.1](#), [6.3.1.1.2](#), [6.3.1.1.4](#), [6.3.1.2.1](#), [6.3.1.2.2](#) et [6.3.1.2.4](#)), la teneur en matières volatiles w_3 , exprimée en fraction massique en pourcentage, est donnée par la [Formule \(3\)](#):

$$w_3 = \left(1 - \frac{m_8 \times m_{10}}{m_7 \times m_9} \right) \times 100 \quad (3)$$

où

m_7 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai avant homogénéisation;

m_8 est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai après homogénéisation;

m_9 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant séchage;

m_{10} est la masse, en grammes, de la prise d'essai après séchage.