

---

Norme internationale



3858/2

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique —  
Partie 2 : Méthode d'évaluation du produit**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of light transmittance of toluene extract —  
Part 2 : Method for product evaluation*

Deuxième édition — 1983-12-15

---

CDU 678.046.2 : 535.243

Réf. n° : ISO 3858/2-1983 (F)

**Descripteurs** : industrie des élastomères, noir de carbone, essai physique, détermination, toluène, facteur de transmission, décoloration.

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

## Partie 2 : Méthode d'évaluation du produit

### 0 Introduction

L'ISO 3858 comprend les parties suivantes :

- Partie 1 : Méthode rapide.
- Partie 2 : Méthode d'évaluation du produit.

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3858 spécifie une méthode de détermination de la transmittance spectrale de l'extrait toluénique du noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc comme moyen de mesure de la décoloration provoquée par les matières extraites, mesure nécessaire pour l'évaluation du produit.

Le degré de décoloration du toluène est mesuré quantitativement au moyen d'un spectromètre.

La méthode n'est pas applicable aux noirs de carbone du type thermique qui ont un extrait toluénique élevé.

### 2 Références

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1126, *Noir de carbone pour l'industrie des élastomères — Détermination de la perte à la chaleur.*

### 3 Principe

Séchage du noir de carbone et pesée d'une prise d'essai. Mélangeage avec un certain volume de toluène à la température ambiante. Filtration du mélange formé et transvasement du filtrat dans une cuve d'absorption. Mesurage de la transmittance spectrale du filtrat par rapport au toluène pur, à l'aide d'un spectromètre réglé à une longueur d'onde sélectionnée.

### 4 Réactif

**Toluène**, de qualité pour spectrographie.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Balance analytique**, précise à 0,01 g ou mieux.

**5.2 Étuve**, permettant de maintenir une température de  $105 \pm 2$  °C.

**5.3 Spectromètre**, permettant une lecture directe de la transmittance spectrale à 425 nm, à sélecteur de radiations à variation continue, par exemple prisme ou réseau de haute résolution. La bande passante doit être dans les limites de  $\pm 10$  nm (voir note 1).

On doit insérer un stabilisateur de tension dans le circuit d'alimentation si l'on sait que la tension peut varier de plus de 4 V.

Le spectromètre doit être équipé de cuves d'absorption de  $10,00 \pm 0,05$  mm d'épaisseur (voir notes 2 et 3) et dont les faces parallèles planes sont polies à 10 nm près.

#### NOTES

1 Les modèles courants de colorimètres peuvent différer par la largeur de la bande passante et donner ainsi des résultats différents de transmittance spectrale. Les résultats obtenus avec de tels appareils peuvent être rendus plus comparables si on étalonne ces appareils par rapport à un spectromètre de haute résolution, ayant par exemple une bande passante de largeur inférieure à 2 nm pour une longueur d'onde moyenne de 425 nm, et si les lectures sont corrigées en utilisant la courbe d'étalonnage de chaque instrument établie pour toute la gamme utile de transmittance spectrale.

2 Les cuves cylindriques de  $10,00 \pm 0,05$  mm de diamètre intérieur peuvent donner des résultats différents par rapport aux cuves parallélépipédiques. Si on les utilise, il est recommandé de les étalonner par rapport à une cuve parallélépipédique pour toute la gamme utile de transmittance spectrale et de corriger les résultats d'après la courbe d'étalonnage.

3 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 l'équation

$$\lg \tau_0 = \frac{10}{l} \times \lg \tau - \frac{20}{l} + 2$$

où

$\tau_0$  est le pourcentage de transmittance spectrale à travers une cuve de 10 mm;

$\tau$  est le pourcentage de transmittance spectrale à travers une cuve de  $l$  mm d'épaisseur;

$l$  est l'épaisseur, en millimètres, de la cuve utilisée.

4 Les cuves d'absorption peuvent différer par leur transmittance spectrale. Il est recommandé d'utiliser la même cuve d'absorption pour le réglage du spectromètre.

**5.4 Fioles coniques**, de 100 ou 125 cm<sup>3</sup>\* de capacité, munies de bouchons rodés en verre.

**5.5 Éprouvette graduée**, de capacité 50 cm<sup>3</sup>, avec trait repère tous les centimètres cubes.

**5.6 Pulvérisateur** : mortier et pilon, malaxeur à lame à rotation rapide ou appareil équivalent.

**5.7 Entonnoirs de filtration**, de 75 mm de diamètre intérieur au sommet, en verre de chimie.

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

**5.9 Bêchers**, de 50 ou 100 cm<sup>3</sup> de capacité, avec bec verseur.

**5.10 Tissu pour verre optique**, exempt d'éléments susceptibles de rayer.

## 6 Préparation de l'échantillon

**6.1** Pulvériser l'échantillon granulé à l'aide du mortier et du pilon ou d'un appareil équivalent (5.6).

**6.2** Sécher environ 4 g de l'échantillon pulvérisé de noir de carbone durant 1 h à une température de  $105 \pm 2$  °C, comme spécifié dans l'ISO 1126. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante. Laisser l'échantillon sec dans le dessiccateur jusqu'au moment de l'essai.

NOTE — 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.

## 7 Conditions d'essai

L'essai doit être de préférence effectué dans les conditions normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 471, soit à une température de  $23 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $50 \pm 5$  %, soit à une température de  $27 \pm 2$  °C et une humidité relative de  $65 \pm 5$  %. Le réactif et l'appareillage doivent être laissés dans le local d'essais durant une période suffisante pour leur permettre d'atteindre la température ambiante avant d'être utilisés.

Le toluène est considéré comme un produit toxique et néfaste à la santé; en conséquence, cet essai doit être effectué sous une hotte avec une aspiration de vapeur suffisante. Tous moteur, ventilateur, etc. ne doivent pas produire d'étincelles. La hotte doit aussi être exempte de toutes autres fumées ou vapeurs susceptibles de contaminer les réactifs et l'appareillage utilisés et d'en altérer ainsi les résultats.

## 8 Mode opératoire

**8.1** Laisser le spectromètre (5.3) chauffer durant au moins 10 min avant le réglage (voir note 4 de 5.3).

Filtrer environ 30 cm<sup>3</sup> de toluène (chapitre 4) dans une fiole conique (5.4) et fermer la fiole hermétiquement. Verser une partie du toluène dans un bécher (5.9) et rincer trois fois une cuve d'absorption avec du toluène filtré, en la remplissant environ jusqu'au tiers à chaque fois.

NOTE — 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.

Remplir la cuve d'absorption avec le toluène filtré et essuyer l'extérieur de la cuve avec un tissu pour verre optique (5.10). Mettre la cuve en place dans le spectromètre et régler l'appareil sur 100 % de transmittance spectrale, en utilisant une longueur d'onde de 425 nm.

**8.2** Peser  $2,0 \pm 0,01$  g de noir de carbone pulvérisé et séché, et introduire cette prise d'essai dans une fiole conique (5.4).

NOTE — Si la capacité de la cuve d'absorption l'exige, il est permis d'utiliser une prise d'essai plus importante; ajouter 10 cm<sup>3</sup> de toluène pour chaque gramme supplémentaire de noir de carbone.

**8.3** Verser, à l'aide de l'éprouvette graduée (5.5),  $20 \pm 0,5$  cm<sup>3</sup> de toluène filtré dans la fiole conique contenant la prise d'essai et boucher la fiole.

**8.4** Dans un délai de 5 s après l'addition du toluène, agiter le mélange à la main en imprimant à la fiole un mouvement circulaire durant  $60 + \frac{5}{0}$  s. Alternativement, un agitateur mécanique pouvant assurer une agitation énergique à une cadence d'environ 240 coups par minute peut être utilisé.

**8.5** Immédiatement après l'agitation, filtrer le mélange à travers le papier filtre (5.8) dans une seconde fiole conique (5.4) et boucher la fiole. S'il est évident qu'il subsiste du noir de carbone dans le filtrat, rejeter ce dernier et recommencer. Changer de papier filtre pour chaque prise d'essai.

**8.6** Rincer la cuve d'absorption trois fois avec environ 1 cm<sup>3</sup> du filtrat obtenu en 8.5 à chaque fois et vider la cuve.

**8.7** Remplir la cuve d'absorption à ras bord avec le filtrat obtenu en 8.5 et essuyer l'extérieur de la cuve avec un tissu pour verre optique.

**8.8** Mettre la cuve en place dans le spectromètre réglé (voir 8.1) et lire la transmittance spectrale pour une longueur d'onde de 425 nm.

\* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé pour le centimètre cube (cm<sup>3</sup>), selon une décision de la 12<sup>e</sup> Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est, en général, accepté dans les Normes internationales quand il s'agit de capacités de verrerie jaugées et de volumes liquides. La verrerie marquée de l'une ou l'autre manière peut être utilisée d'une façon satisfaisante avec les modes opératoires décrits dans la présente Norme internationale.

**8.9** Rincer la cuve d'absorption avec du toluène propre immédiatement après chaque détermination.

## 9 Expression des résultats

Exprimer la transmittance spectrale de l'extrait toluénique en pourcentage, pour une épaisseur de filtrat de 10 mm et une longueur d'onde de 425 nm, par rapport à celle du toluène pur.

Arrondir le résultat au 1 % le plus proche.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente partie de l'ISO 3858;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) identification du spectromètre utilisé;
- d) résultats obtenus;
- e) date de l'essai.