
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Noir de carbone — Détermination de
l'indice d'absorption d'huile (OAN)
et de l'indice d'absorption d'huile
d'échantillons comprimés (COAN)**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
oil absorption number (OAN) and oil absorption number of compressed
sample (COAN)*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	2
6 Préparation de l'échantillon	3
7 Conditions d'essai	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Vérification de l'absorptiomètre et de la burette à débit constant	3
8.2 Étalonnage et normalisation de l'absorptiomètre	3
8.3 Prise d'essai	4
8.4 Dosage	5
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité et biais	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Préparation des prises d'essai comprimées	7
Annexe B (normative) Vérification et réglage du ressort et de l'amortisseur hydraulique	12
Annexe C (normative) Vérification de la burette à débit constant	14
Annexe D (informative) Fidélité et biais	16
Bibliographie	18

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 4656 a été élaborée 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4656:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique. Outre un certain nombre de corrections éditoriales mineures, les modifications suivantes ont été faites:

- un avertissement concernant les dangers du phtalate de dibutyle a été ajouté au début de l'Article 4;
- le noir de référence normalisé, SBR D8, a été ajouté dans le Tableau 1;
- en A.3.7, les termes «taille de maille» ont été remplacés par «dimensions nominales des ouvertures»;
- dans l'Annexe A, relative à la préparation des prises d'essai comprimées, A.5.1.2, A.5.1.11, A.5.2.1 et A.5.2.14 ont été réécrits pour spécifier, pour chaque type de noir de carbone, la masse de noir de carbone à prélever pour le mode opératoire de compression et la masse à prélever ultérieurement pour déterminer l'indice d'absorption de l'échantillon comprimé;
- les données de fidélité (précédemment dans l'Article 10) ont été déplacées dans une annexe informative (Annexe D);
- l'ISO/TR 9272:2005 a été déplacé des références normatives vers une bibliographie.

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'absorption d'huile (OAN) et de l'indice d'absorption d'huile d'échantillons comprimés (COAN)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

L'indice d'absorption d'huile (OAN) est une mesure de la capacité du noir de carbone à absorber des liquides. Cette propriété est elle-même fonction de la structure du noir de carbone. Le phtalate de dibutyle (DBP) ou l'huile de paraffine peuvent être utilisés avec les qualités de granules de référence, y compris les noirs de carbone de série N spécifiés dans l'ASTM D1765. Cependant, les essais de détermination de l'indice d'absorption d'huile utilisant de l'huile de paraffine sur certains noirs spéciaux et des noirs en poudre peuvent donner lieu à des différences inacceptables comparées aux résultats obtenus avec des essais utilisant du DBP. Bien que des études aient montré que quelle que soit l'huile utilisée, les résultats sont comparables en termes de fidélité, l'huile de paraffine présente l'avantage de ne pas être nocive.

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination, à l'aide d'un absorptiomètre, de l'indice d'absorption d'huile par le noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.

La même méthode est utilisée pour la détermination de l'indice d'absorption d'huile par des d'échantillons comprimés de noir de carbone. Le mode opératoire pour la préparation des échantillons comprimés est décrit à l'Annexe A.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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*

ASTM D1765, *Standard Classification System for Carbon Blacks Used in Rubber Products*

ASTM D4821, *Standard Guide for Carbon Black — Validation of Test Method Precision and Bias*

3 Principe

L'huile est ajoutée à une prise d'essai de noir de carbone qui est agitée au moyen de rotors. Au fur et à mesure que le liquide est ajouté, le mélange passe de l'état de poudre très fluide à l'état de masse semi-plastique. Le point final de la détermination est atteint lorsque le couple résultant de la variation des propriétés de viscosité atteint une valeur préréglée ou un pourcentage défini du couple maximal, calculé à partir de la courbe de couple.

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — Le phtalate de dibutyle est classifié comme «substance extrêmement préoccupante» (SVHC) car il est considéré toxique pour la reproduction. Son utilisation ou sa commercialisation est réglementée dans certains pays. Porter un vêtement de protection approprié. Remplacer par de l'huile de paraffine si techniquement réalisable.

4.1 Phtalate de dibutyle, $\rho_{25} = 1,042 \text{ Mg/m}^3$ à $1,047 \text{ Mg/m}^3$;

ou

4.2 Huile de paraffine, d'une viscosité cinématique de $10 \text{ mm}^2/\text{s}$ à $34 \text{ mm}^2/\text{s}$ (10 cSt à 34 cSt) à $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.3 Noirs de référence normalisés (SRB)¹⁾.

5 Appareillage

5.1 Absorptiomètre²⁾, constitué des éléments mentionnés de 5.2 à 5.5.

Deux types différents d'absorptiomètres sont couramment utilisés:

- a) les modèles électroniques (types C, E ou DABS), équipés d'une cellule de mesure et d'un indicateur de couple numérique;
- b) les modèles mécaniques (types A et B), qui sont d'anciens modèles constitués de ressorts et d'indicateurs de couple mécaniques.

Même si ces instruments mécaniques ne sont plus disponibles sur le marché, ils peuvent toujours être utilisés.

5.2 Chambre de mélangeage, en acier inoxydable.

D'autres matériaux de chambre, tels que l'aluminium anodisé mou ou dur, sont admis à condition qu'ils permettent d'obtenir une lecture acceptable pour le SRB F après étalonnage (voir 8.2.9). Le fini de surface de la chambre de mélangeage est un facteur essentiel pour conserver un étalonnage adéquat, et la chambre de mélangeage ne doit pas être modifiée pour réaliser l'étalonnage.

Il est recommandé que les nouvelles chambres de remplacement soient préalablement polies pendant 16 h lors de leur première utilisation, afin de réduire à leur valeur minimale les modifications de surface de la chambre qui influent sur l'étalonnage.

5.3 Rotors entraînés par un moteur, équipant la chambre de mélangeage (5.2) et tournant à une fréquence de 13 rad/s (125 r/min).

5.4 Dispositif détecteur de couple résistant, composé d'une cellule de mesure pour mesurer la courbe de couple.

1) Les noirs de référence normalisés sont commercialisés par Laboratory Standards and Technologies, 227 Somerset Street, Borger, TX 79007, États-Unis, Tél/Fax + 1 806 273 3006, E-mail: jwbai@cableone.net, site Web: www.carbonstandard.com. 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 des produits ainsi désignés.

2) Des appareils appropriés sont disponibles auprès de Brabender GmbH & Co KG, Kulturstr. 51-55, 47055 Duisburg, Allemagne, Tél + 49 203 7788-0, Fax: + 49 203 7788-100, E-mail: brabender@brabender.com, site Web: www.brabender.com et HITEC Luxembourg, 5, rue de l'Église, L-1458 Luxembourg, Tél + 352 49 84 78-1, Fax + 352 40 13 03, E-mail: info@hitec.lu, site Web: www.hitec.lu. 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 des appareils ainsi désignés. Des appareils équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

Les absorptiomètres de types C et DABS disposent d'un système d'acquisition de données intégré pour enregistrer la courbe de couple et calculer le point final. Un absorptiomètre de type E peut être équipé d'un système d'acquisition de données externe³⁾. Les absorptiomètres de types A et B utilisent un ressort et un amortisseur hydraulique muni d'un pointeau de réglage, l'ensemble agissant sur un interrupteur qui arrête automatiquement les rotors (5.3) et la burette (5.5) dès que le couple atteint une valeur pré réglée. Des instructions concernant la vérification et le réglage de l'appareil sont données à l'Annexe B.

5.5 Burette à débit constant, pré réglée de façon à délivrer de l'huile à un débit de $(0,067 \pm 0,000\ 4)\text{ cm}^3/\text{s}$ [$(4,0 \pm 0,025)\text{ cm}^3/\text{min}$]. Des instructions concernant la vérification de la burette sont données à l'Annexe C.

5.6 Étuve, modèle à convection par gravité, capable de réguler la température à $\pm 1\text{ °C}$ à 125 °C et d'uniformiser la température à $\pm 5\text{ °C}$.

5.7 Balance, exacte à 10 mg.

5.8 Dessiccateur.

5.9 Spatule, en matériau souple pour éviter de rayer la chambre de mélangeage.

6 Préparation de l'échantillon

Sécher la quantité de noir de carbone spécifiée en 8.3 durant 1 h dans l'étuve (5.6) réglée à 125 °C , en utilisant le mode opératoire de séchage spécifié dans l'ISO 1126. Laisser refroidir dans le dessiccateur (5.8) jusqu'à température ambiante. Maintenir l'échantillon séché dans le dessiccateur jusqu'à la réalisation de l'essai.

7 Conditions d'essai

Il convient de réaliser l'essai de préférence à une température de $23\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Il convient de maintenir la température de la chambre de mélangeage inférieure à 30 °C .

8 Mode opératoire

8.1 Vérification de l'absorptiomètre et de la burette à débit constant

Procéder comme décrit dans les Annexes B et C.

8.2 Étalonnage et normalisation de l'absorptiomètre

8.2.1 Suivre les modes opératoires spécifiés en 8.3 et 8.4, en utilisant des noirs de référence normalisés (SRB) comme indiqué dans l'ASTM D4821. Chaque noir de référence normalisé doit être soumis à essai un nombre suffisant de fois afin d'établir des valeurs de mesure précises.

Certains noirs de carbone semi-renforçants, c'est-à-dire les noirs des séries N500, N600 et N700 et les noirs thermiques (N900), peuvent ne pas donner de point final en raison d'un niveau insuffisant du couple. Par conséquent, la méthode préférentielle pour les essais de noirs tendres consiste à enregistrer la courbe de couple au moyen d'un stylet ou d'un système d'acquisition de données et à lire le point final à 70 % du maximum de la courbe. Si cette approche est appliquée, s'assurer que l'étalonnage est réalisé de la même façon.

3) Cet appareil est disponible sur le marché auprès de HITEC, Luxembourg, (voir note de bas de page 2). 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 de l'appareil ainsi désigné. Un appareil équivalent peut être utilisé s'il est démontré qu'il donne les mêmes résultats.