

## MATERIAUX ORGANIQUES - TAUX DE CENDRES CONVENTI ONNEL

Page 1/5

### SANS RESTRICTION D'UTILISATION

#### AVANT-PROPOS

*Le présent document est en conformité technique avec la méthode d'essai RNUR n° 1145.  
Il ne devra pas être modifié sans l'accord de la RNUR.*

## 1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en cendres des matériaux organiques contenant des charges minérales.

Cette méthode s'applique aux matériaux suivants :

- colles, colles-mastics, produits d'étanchéité, insonorisants,
- peintures, apprêts et produits assimilés,
- pâtes à joint,
- résines thermodurcissables,
- matières thermoplastiques et thermodurcies contenant des fibres de verre ou des charges minérales,
- matériaux composites comportant des produits organiques (garnitures de frein et d'embrayage, bagues de frottement et stratifiés),
- matériaux fibreux tels que tissus, ouates, cartons, bois, cartons et tissus d'amiante.

La détermination de la teneur en cendres des produits pétroliers (graisses, huiles...) s'effectuera à l'aide de la méthode d'essai D50 1404.

## 2.PRINCIPE

Cette détermination est basée sur l'élimination des matières organiques par calcination à température définie durant un temps donné.

La température à laquelle s'effectue cette calcination est choisie en fonction de la composition présumée du matériau.

## 3.APPAREILLAGE

- Balance précise à 0,1 mg près.
- Capsules en silice de 55 mm de diamètre et 25 mm de hauteur.
- Bec Bunsen.
- Four à moufle dont la température peut être portée jusqu'à 1 000 °C, muni d'un dispositif permettant une régulation à  $\pm 20$  °C près.
- Dessiccateur.
- Desséchant tel que anhydride phosphorique, chlorure de calcium, gel de silice, etc...
- Etuve ventilée.
- Pinces à creuset.

## 4.EPROUVETTES

Trois cas sont à considérer :

### 4.1.MATERIAUX SE PRESENTANT SOUS FORME SOLIDE

Utiliser des éprouvettes de forme quelconque, mais dont les dimensions maximales seront les suivantes :

<b>MATERIAUX ORGANIQUES - TAUX DE CENDRES</b>	<b>D10 1145</b>	2/5
-----------------------------------------------	-----------------	-----

- épaisseur : 2 mm pour les matières thermodurcies, 4 mm pour les matières thermofusibles,
- longueur et largeur : 35 mm.

La masse des éprouvettes doit être comprise entre 1 et 4 g. Si l'essai doit être effectué sur des pièces de masse inférieure à 1 g, en utiliser 2 ou plus, de façon à obtenir une masse totale supérieure à 1 g.

## **4.2.MATERIAUX LIQUIDES OU PATEUX EXEMPTS DE SOLVANT (COLLES ET MASTICS)**

La masse de la prise d'essai doit être de 2 g environ.

Dans le cas où la masse de cendres obtenue dans ces conditions est inférieure à 10 mg, reprendre l'essai avec une quantité de produit plus importante.

## **4.3.MATERIAUX LIQUIDES OU PATEUX COMPORTANT UN SOLVANT (RESINES, PEINTURES, COLLES, ETC...)**

Déterminer d'abord le taux d'extrait sec du matériau, selon la méthode d'essai D55 1017. En déduire la masse de la prise d'essai à utiliser, de façon à disposer d'environ 2 g d'extrait sec du produit.

# **5.MODE OPERATOIRE**

## **5.1.PREPARATION DE LA CAPSULE**

Avant chaque série d'essais, peser la capsule sèche et propre à  $\pm 1$  mg près. La placer dans le four à moufle, à la température d'essai choisie, pendant 1 heure. Après refroidissement en dessiccateur, vérifier que sa masse n'a pas varié après le traitement. Dans le cas contraire, répéter ces opérations jusqu'à sa masse constante, soit  $m_1$  sa masse en gramme.

## **5.2.PREPARATION DE L'ECHANTILLON**

Placer l'échantillon à examiner dans la capsule.

Trois cas sont alors à considérer :

1. Matières thermoplastiques et thermodurcies, matériaux composites.  
Effectuer un séchage de 2 heures en étuve ventilée à 105 °C, refroidir en dessiccateur et peser, soit  $m_2$  cette masse en gramme.
1. Matériaux liquides ou pâteux ne comportant pas de solvant.  
Peser directement l'échantillon contenu dans la capsule, soit  $m_2$  cette masse en gramme.
1. Matériaux liquides ou pâteux comportant un solvant.  
Peser directement l'échantillon contenu dans la capsule, soit  $m_2$  cette masse en gramme.  
Placer d'abord la capsule contenant l'échantillon dans une étuve ventilée à la température et pendant le temps défini pour la mesure de l'extrait sec du matériau, afin d'éliminer le solvant.  
Placer la capsule contenant l'échantillon sur un support métallique et enflammer l'échantillon à l'aide d'un bec Bunsen. Recommencer plusieurs fois cette opération jusqu'à ce que le matériau ne brûle plus (cette opération ne sera pas effectuée dans le cas des peintures, apprêts et produits assimilés).

## **5.3.TECHNIQUE DE L'ESSAI**

- Régler le four à moufle à la température d'essai prescrite aux normes ou dans les cahiers des charges.
- A défaut, choisir la température d'essai dans la gamme suivante, en fonction des données figurant en annexe :
  - A : 450 °C  $\pm$  20 °C
  - B : 600 °C  $\pm$  20 °C
  - C : 800 °C  $\pm$  20 °C
- Placer la capsule dans le four à moufle durant 4 h  $\pm$  0,5 h, sauf convention particulière (voir annexe).
- Laisser refroidir en dessiccateur et peser, soit  $m_3$  cette masse en gramme.

Nombre d'essais :

Effectuer l'essai sur deux échantillons. Si les résultats diffèrent de plus de 5 %, effectuer un essai supplémentaire sur un troisième prélèvement.

## 6.CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer la teneur en cendres du matériau à l'aide d'une des deux formules suivantes :

FORMULE 1 : teneur en cendres en fonction de la masse initiale

$$\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100$$

FORMULE 2 : teneur en cendres rapportée à 100 parties d'extrait sec

$$\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot \frac{100}{S}$$

dans lesquelles :  
 $m_1$  = masse de la capsule en gramme  
 $m_2$  = masse initiale totale de la capsule et de l'échantillon en gramme  
 $m_3$  = masse totale de la capsule et du résidu après calcination en gramme  
 $S$  = le taux d'extrait sec déterminé selon la méthode d'essai D55 1017.

## 7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Celui-ci doit indiquer :

- le mode d'expression retenu pour le calcul du taux de cendres (formule 1 ou 2),
- les références précises du matériau,
- la température retenue pour l'essai, 450 °C, 600 °C, 800 °C, ou autre,
- le nom du fournisseur,
- le numéro de lot de fabrication ou la référence de la pièce sur laquelle a été prélevé l'échantillon.

Il doit également mentionner l'aspect des cendres (présence de fibres de verre par exemple) ainsi que tout incident ou anomalie susceptible d'avoir agi sur les résultats.

MATERIAUX ORGANIQUES - TAUX DE CENDRES	D10 1145	4/5
----------------------------------------	----------	-----

**annexe****CHOIX DES CONDITIONS DE CALCINATION**

Le taux de cendres déterminé par un essai de calcination n'est reproductible que si l'échantillon ne subit pas de décomposition ou d'oxydation au voisinage de la température d'essai choisie.

En l'absence de connaissances sur le comportement de l'échantillon en fonction de la température, il est recommandé de le soumettre préalablement à un essai de thermogravimétrie et de choisir pour température de calcination celle des trois températures conseillées (ou si nécessaire une autre température qui sera mentionnée au procès-verbal d'essai) qui se situe dans un plateau de la courbe de l'évolution de masse en fonction de la température. Au besoin, s'assurer que le temps de calcination au four à moufle est, ni insuffisant, ni exagéré en contrôlant la variation de masse après un second séjour d'une heure.

Quelques règles générales peuvent guider le choix de la température d'essai :

1. Les compositions pouvant donner naissance au cours de la calcination à des composés sublimables (sels de plomb, d'antimoine...) seront, si possible, soumises à l'essai à 450 °C. En outre, il est conseillé d'opérer avec une capsule munie d'un couvercle possédant seulement un trou d'évent. Ce couvercle sera enlevé au moment du grillage sur le bec Bunsen et remis pour le passage au four à moufle.
2. Lorsque les compositions contiennent une charge à base de carbonate (calcium, magnésium...), il convient d'éviter la température de 600 °C qui est proche de la zone de température critique de décomposition de ces composés. Il est recommandé d'opérer, soit à 450 °C (avant décomposition du carbonate), soit à 800 °C (carbonate décomposé sous forme d'oxyde).
3. Lorsque les compositions contiennent des fibres d'amiante qui subissent une perte d'eau de cristallisation entre 600 et 700 °C, il est conseillé de calciner, soit à 450 °C, soit à 800 °C, selon que l'on désire ou non préserver la structure de ces fibres. Un phénomène similaire peut être constaté avec d'autres minéraux tels que les argiles.
4. Le bisulfure de molybdène, présent dans certaines compositions pour ses propriétés lubrifiantes, subit au contact de l'oxygène un grillage et une oxydation. Il est conseillé d'utiliser la température de 600 °C qui permet de recueillir le bisulfure de molybdène à l'état de trioxyde de molybdène ( $\text{MoO}_3$ ). Ce composé se sublime au-dessus de 700 °C.
5. Pour le dosage des cendres dans les peintures, il est d'usage d'adopter une température de 800 °C.

## 8.HISTORIQUE ET DOCUMENT CITES

### 8.1.HISTORIQUE

#### 8.1.1.CREATION

- OR: 01/03/1981 - CREATION DE LA NORME.

#### 8.1.2.OBJET DE LA MODIFICATION

- A: 28/06/1996 - REPRISE SOUS IDEM.
- B: 24/11/1997 - CORRECTION DE LA REPRISE SOUS IDEM.

### 8.2.DOCUMENTS CITES

#### 8.2.1.DOCUMENTS PSA

##### 8.2.1.1.Normes

D501404, D551017.

##### 8.2.1.2.Autres

#### 8.2.2.DOCUMENTS EXTERIEURS

### 8.3.EQUIVALENT A :

### 8.4.CONFORME A :

### 8.5.MOTS CLEFS

MATERIAUX, ORGANIQUES