
**Caoutchouc — Évaluation de la dispersion
du noir de carbone — Méthodes
comparatives rapides**

*Rubber — Assessment of carbon black dispersion — Rapid comparative
methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11345:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fd5d967-c3c2-4cc5-a1f0-8e02d662f582/iso-11345-1997>



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 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.

La Norme internationale ISO 11345 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais physiques et de dégradation*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW

standards.iteh.ai

ISO 11345:1997

normes.international/iso-11345-1997:3c2-4cc5-a1f0-8e02d662f582/iso-11345-1997

© ISO 1997

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

Le degré de dispersion du noir de carbone dans un mélange à base de caoutchouc est important car certaines propriétés physiques, par exemple la résistance à la traction, l'hystérésis, la résistance à l'abrasion, sont influencées par la dispersion.

Cette méthode utilise le fait bien connu que dans le cas d'un mélange dont les ingrédients sont bien dispersés, la lumière est réfléchiée par une surface fraîchement coupée, présentant une texture lisse et sans défaut.

La présence d'ingrédients incorrectement dispersés est révélée par des irrégularités sur la surface ayant habituellement la forme de protubérances circulaires convexes, ou de marques concaves; leur présence dénote que la dispersion des ingrédients du mélange est imparfaite. La dimension et la fréquence de ces irrégularités peut permettre de juger du degré dont le mélange s'écarte de la dispersion optimale. Un jeu de dix étalons prenant en compte la dimension et la fréquence de ces irrégularités, et classés selon une échelle numérique, a été préparé. Il donne un moyen d'évaluation de la dispersion dans un mélange à base de caoutchouc et permet d'attribuer une valeur numérique au degré de dispersion.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fd5d967-c3c2-4cc5-a1f0-220e81e10999>

Cette norme internationale décrit des modes opératoires pour évaluer le degré de macrodispersion du noir de carbone dans le caoutchouc. Ces méthodes sont destinées principalement à être utilisées comme moyens de contrôle rapide en atelier pendant le mélangeage et les phases ultérieures de mise en œuvre, pour être assuré d'une dispersion satisfaisante du noir de carbone. Deux méthodes d'essai sont décrites:

Méthode A: Examen visuel au microscope avec ou sans photographie

Méthode B: Examen au microscope à champ partagé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11345:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fd5d967-c3c2-4cc5-a1f0-8e02d662f582/iso-11345-1997>

Caoutchouc — Évaluation de la dispersion du noir de carbone — Méthodes comparatives rapides

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application (standards.iteh.ai)

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'essai visuelles qualitatives pour une évaluation rapide et comparative de la macrodispersion de **seulement du noir de carbone** dans le caoutchouc. Des notations sont attribuées par comparaison avec un jeu de standards photographiques numérotés de 1 à 10 et les résultats sont exprimés avec la même échelle numérique. La présente Norme internationale avec ses standards photographiques n'est applicable qu'à des mélanges contenant du noir de carbone.

2 Principe

Le mélange à base de caoutchouc chargé de noir de carbone est tranché et la surface fraîche obtenue est examinée avec un grossissement de 30 ×.

Deux méthodes alternatives sont décrites:

Méthode A: Examen visuel au microscope avec ou sans photographie

Méthode B: Examen au microscope à champ partagé.

Le niveau de dispersion du noir de carbone est comparé à une série de dix standards photographiques sous un éclairage oblique de 30° avec un grossissement effectif de 30 ×, numérotés de 10 (excellent) à 1 (très mauvais) et se présentant sous la forme de photographies classiques ou de photographies électroniques mises en mémoire (voir figure 1).

La note 10 correspond à un degré de dispersion donnant des propriétés physiques voisines du maximum, tandis que la note 1 indique des imperfections importantes entraînant des propriétés physiques considérablement

réduites. Normalement les appréciations visuelles de dispersion correspondent au niveau de qualité des mélanges comme suit:

Appréciation visuelle de la dispersion	Classement de la dispersion
9-10	excellent
8	bon
7	acceptable
5-6	douteux
3-4	mauvais
1-2	très mauvais

3 Méthode A — Examen visuel au microscope avec ou sans photographie

3.1 Appareillage

3.1.1 **Lame de rasoir** à un seul tranchant, montée sur un dispositif approprié.

3.1.2 **Dispositif de coupe**, comportant un mécanisme faisant levier pour permettre de faire une coupe verticale et une fixation pour la lame de rasoir.

3.1.3 **Microscope binoculaire** (30 ×), ou

3.1.4 **Microscope binoculaire** (30 ×), équipé d'un appareil photographique à développement instantané (type Polaroid).

3.1.5 **Dispositif d'éclairage** pour microscope, donnant une forte intensité lumineuse.

3.2 Éprouvette

3.2.1 Mélange vulcanisé

En utilisant le moyen de tranchage, couper une éprouvette ayant une section transversale de 5 mm × 8 mm environ. Ne pas toucher la surface qui sera utilisée pour l'appréciation. La lame de rasoir doit être remplacée avant que son usure ne provoque des rayures sur la coupe.

Pour les mélanges vulcanisés, la lame de rasoir doit être à la température normale de laboratoire.

3.2.2 Mélange non vulcanisé

Le mélange doit être d'abord comprimé pour éliminer au maximum les poches d'air qui, même en petites quantités, peuvent avoir l'aspect de noir de carbone mal dispersé et par suite affecter l'appréciation. Pour obtenir ce résultat, préparer une plaque en comprimant le caoutchouc entre deux feuilles minces de plastique dans un moule chauffé à 105 °C sous une pression de 1 kPa environ pendant 5 min. Des précautions doivent être prises pour éviter un fluage excessif pendant cette opération. La surface à examiner doit être autant que possible non déformée et sans défaut. Pour cela, le tranchant de l'outil doit être sans défaut, et pour minimiser la déformation de l'éprouvette, il faut que la pression de tranchage soit constante, que la vitesse de tranchage ne soit pas trop rapide et que la lame de rasoir soit chauffée à 100 °C environ. Cependant, même en prenant toutes ces précautions, l'évaluation d'un échantillon vulcanisé du même mélange peut donner des résultats différents.

3.3 Mode opératoire

Examiner l'éprouvette préparée avec le microscope binoculaire sous un éclairage oblique (angle d'incidence de 30°) pour accentuer les détails de surface. La source de lumière doit être placée pour que l'éclairage se fasse, de préférence, parallèlement à la direction du tranchage, afin d'atténuer l'effet des rayures de coupes.

Comparer la dimension et la fréquence des agglomérats de noir de carbone (qui se manifestent par des protubérances ou des dépressions superficielles) à celles des standards photographiques.

NOTE — Si un microscope équipé d'un appareil photographique à développement instantané est utilisé, la dispersion peut être appréciée en plaçant côte à côte, à des fins de comparaison, les standards photographiques et la photographie prise. Ceci permet d'avoir en quelques minutes un enregistrement permanent de l'aspect de l'éprouvette.

Attribuer à chaque mélange examiné la notation numérique la plus proche comme un nombre entier. Pour un plus proche ajustement, utiliser une valeur fractionnaire; 5 1/2 indiquera une notation intermédiaire entre 5 et 6.

Une note de 10 correspond à un degré de dispersion donnant des propriétés physiques voisines du maximum, tandis qu'une note de 1 indique des imperfections importantes entraînant des propriétés physiques considérablement réduites.

4 Méthode B — Examen au microscope à champ partagé

La méthode B est une méthode d'essai qui détermine le degré de dispersion du noir de carbone dans les mélanges à base de caoutchouc, au moyen d'un équipement comprenant une caméra vidéo à champ partagé permettant de comparer l'éprouvette d'essai à un jeu de références sous la forme de transparents ou d'images électroniques mises en mémoire. L'évaluation de la dispersion du noir de carbone en utilisant cette technique se fait en projetant simultanément les images des références et celles de l'éprouvette d'essai sur un moniteur vidéo au moyen d'une caméra vidéo en noir et blanc.

Les références utilisées ici sont identiques aux standards photographiques de la méthode A.

[ISO 11345:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fd5d967-c3c2-4cc5-a1f0-8e02d662f582/iso-11345-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2fd5d967-c3c2-4cc5-a1f0-8e02d662f582/iso-11345-1997>

4.1 Appareillage

4.1.1 **Lame de rasoir** (voir 3.1.1).

4.1.2 **Dispositif de coupe** (voir 3.1.2).

4.1.3 **Équipement pour représentation à champ partagé.** L'instrument est adapté à la technique du microscope optique à champ partagé, permettant de projeter côte à côte le standard photographique noté 10 et l'image réfléchie de la surface de l'éprouvette. Les standards photographiques sont montées sur un disque tournant (dans le cas de diapositives) ou stockées en mémoire (dans le cas d'images numériques) et peuvent défiler successivement jusqu'à ce que l'image étalon soit comparable à l'aspect de la surface de l'éprouvette.

Une caméra vidéo ou CCD peut être utilisée avec un moniteur vidéo pour obtenir une image composite juxtaposant les images de l'éprouvette et de la référence [voir figures 2a) et 2b)].

4.2 Éprouvettes

Les éprouvettes nécessaires pour la méthode B doit être préparées comme décrit en 3.2.

4.3 Mode opératoire

Activer l'instrument et permettre le temps de chauffage spécifié.

Placer la surface fraîchement tranchée de l'éprouvette contre le porte-éprouvette de l'instrument. L'éprouvette doit être placée de la même façon que dans le dispositif de coupe, la direction de coupe étant verticale.

Examiner l'éprouvette préparée dans l'instrument sous un éclairage oblique (angle d'incidence de 30°). Comparer la dimension et la fréquence des agglomérats de noir de carbone (qui se manifestent par des protubérances ou des dépressions superficielles) à celles des photographies étalons par une comparaison côte à côte directe. Choisir entre les standards photographiques collectionnées, le standard photographique qui ressemble le plus à la photographie prise de l'éprouvette par échange systématique des standards photographiques à côté de l'image examinée.

Attribuer à chaque mélange examiné la notation numérique la plus proche comme un nombre entier. Pour un plus proche ajustement, utiliser une valeur fractionnaire; 5 1/2 indiquera une notation intermédiaire entre 5 et 6.

Une note de 10 correspond à un degré de dispersion donnant des propriétés physiques voisines du maximum, tandis qu'une note de 1 indique des imperfections importantes entraînant des propriétés physiques considérablement réduites.

5 Nombre d'essais

Faire de préférence plusieurs essais sur différentes parties de l'éprouvette.

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète du matériau précisant le type, la source, si vulcanisé ou non vulcanisé, le numéro de code du fabricant et son histoire;
- c) l'utilisation de la méthode A ou B;
- d) la notation en fonction de l'échelle de 10 à 1 des références. Utiliser une note fractionnaire si nécessaire. Si plusieurs opérateurs ont attribué une note, donner le nombre des observations et la moyenne de ces notes;
- e) date de l'essai.

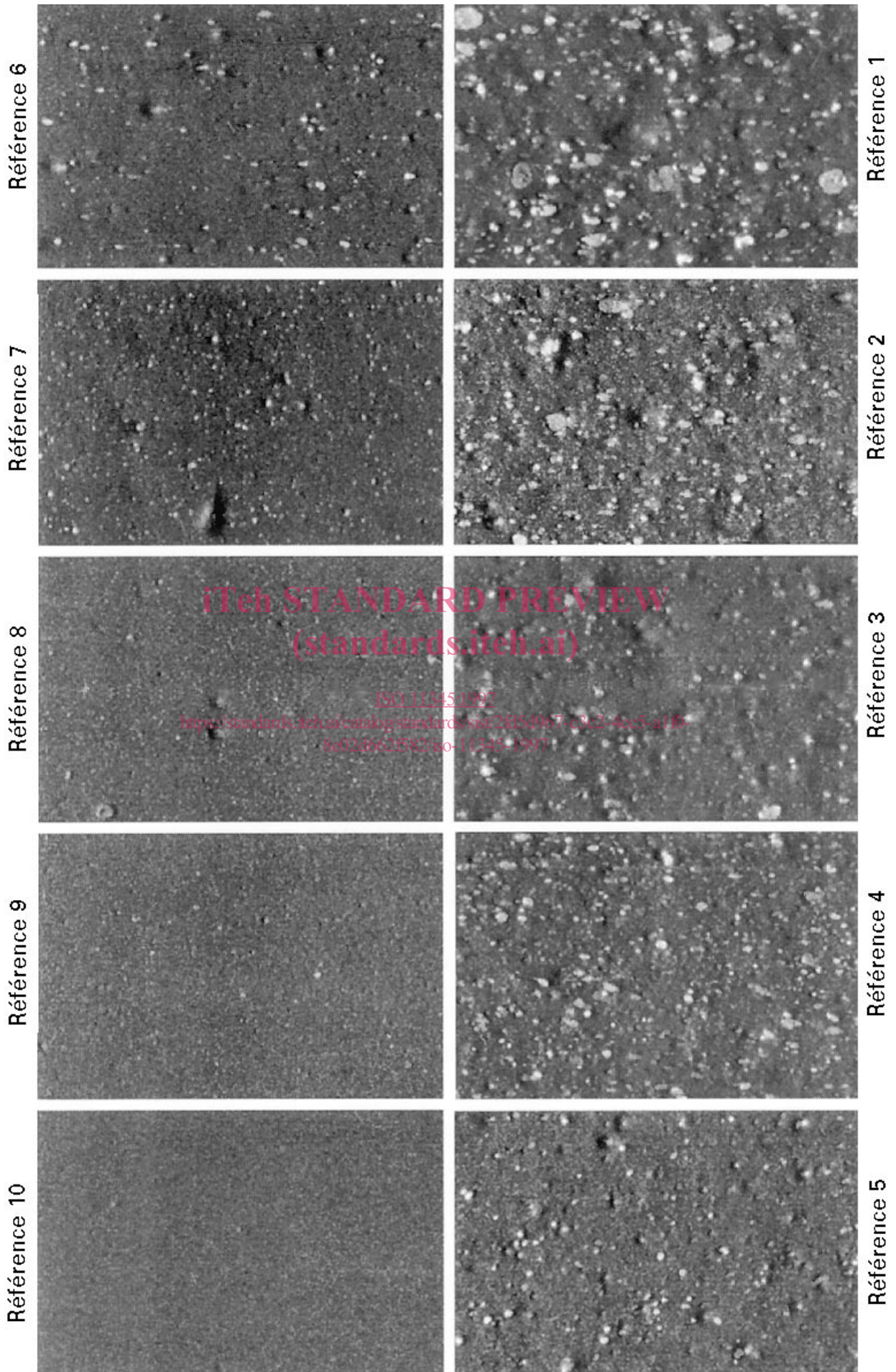


Figure 1 — Standards photographiques