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

*Rubber — Assessment of carbon black and carbon black/silica
dispersion — Rapid comparative methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11345:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afeccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11345:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afecccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afecccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>

© ISO 2006

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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Nombre d'essais	2
6 Méthode A — Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement $\times 30$	2
7 Méthode B — Examen au microscope à champ partagé sous grossissement $\times 30$	3
8 Méthode C — Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement $\times 100$	6
9 Méthode D — Examen au microscope à champ partagé sous grossissement $\times 100$	7
10 Méthode E — Dénombrement de gros agglomérats sous grossissement $\times 100$	8
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (normative) Notation visuelle de la dispersion en fonction du classement de la dispersion sous grossissement $\times 30$ (méthodes A et B)	11
Annexe B (normative) Notation visuelle de la dispersion en fonction du classement de la dispersion sous grossissement $\times 100$ — Noirs de carbone (CB)	12
Annexe C (normative) Notation visuelle de la dispersion en fonction du classement de la dispersion sous grossissement $\times 100$ — Noirs de carbone renforçants (RCB)	15
Annexe D (normative) Notation visuelle de la dispersion en fonction du classement de la dispersion sous grossissement $\times 100$ — Noirs de carbone renforçants et silice (RCB/Silice)	18
Annexe E (normative) Notation visuelle de la dispersion en fonction du classement de la dispersion sous grossissement $\times 100$ — Noirs de carbone semi-renforçants (SRCB)	21
Annexe F (informative) Dispersion dans le caoutchouc	24
Bibliographie	26

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11345:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afecccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>

Introduction

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

La présente méthode applique 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 révélant une texture lisse et sans défaut. La présence d'ingrédients incorrectement dispersés se traduit par des irrégularités ayant habituellement la forme de protubérances circulaires convexes ou de marques concaves sur la surface. 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 quatre étalons (photographies de référence) chacun comprenant dix photographies prenant en compte la dimension et la fréquence de ces irrégularités, et classés selon une échelle numérique, a été préparé. Cette méthode constitue 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.

La présente Norme internationale décrit des modes opératoires pour évaluer le degré de macrodispersion du noir de carbone et de la silice 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. Cinq méthodes alternatives sont décrites.

L'ajout d'un grossissement plus fort et de photographies de référence relatives à la silice était une réponse à un souhait exprimé par les fabricants de pneumatiques et les producteurs de charges. La méthode E a surtout été réclamée par les fabricants de profilés extrudés destinés à l'industrie automobile.

L'équipement avec des photographies de référence stockées électroniquement est disponible auprès de:

TechPro, Inc.
121 East Ascot Lane
Cuyahoga Falls, OH 44223
États-Unis

Téléphone +1 330 923 3546
Télécopie +1 330 923 6335

www.techpro-usa.com

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11345:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afeccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>

Caoutchouc — Évaluation de la dispersion du noir de carbone et du noir de carbone/silice — 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 éventuels de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de garantir la conformité aux règlements nationaux.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'essai visuelles qualitatives pour une évaluation rapide et comparative de la macrodispersion du noir de carbone et du noir de carbone/silice dans le caoutchouc. Des notations sont attribuées par comparaison avec un jeu de photographies de référence numérotées de 1 à 10 et les résultats sont exprimés sur une échelle numérique.

De plus, la présence de gros agglomérats est notée sur une échelle numérique (numérotés de 1 à 10).

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 1382, *Caoutchouc — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les définitions données dans l'ISO 1382 s'appliquent.

4 Principe

Le mélange à base de caoutchouc chargé de noir de carbone ou de noir de carbone/silice est tranché et la surface fraîche obtenue est examinée sous grossissement.

Cinq méthodes sont décrites:

- **Méthode A:** Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement de $\times 30$ (pour le noir de carbone).
- **Méthode B:** Examen au microscope à champ partagé sous grossissement de $\times 30$ (pour le noir de carbone).
- **Méthode C:** Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement de $\times 100$ (pour le noir de carbone ou le noir de carbone/silice).
- **Méthode D:** Examen au microscope à champ partagé avec un grossissement de $\times 100$ (pour le noir de carbone ou le noir de carbone/silice).
- **Méthode E:** Dénombrement des gros agglomérats sous grossissement $\times 100$ (pour le noir de carbone).

Dans les méthodes A à D, le niveau de dispersion est comparé à une série de dix photographies de référence se présentant sous la forme de photographies classiques ou de photographies électroniques mises en mémoire, sous un éclairage oblique de 30° (pour accentuer le détail) sous grossissement effectif $\times 30$ pour les méthodes A et B (voir Annexe A) et $\times 100$ pour les méthodes C et D (voir Annexes B à E), puis noté sur une échelle numérique allant de 10 (excellent) à 1 (très mauvais).

La note 10 correspond à un degré de dispersion donnant des propriétés physiques voisines du maximum, tandis que la note 1 indique des imperfections structurelles entraînant des propriétés physiques considérablement réduites. Normalement les appréciations visuelles de la dispersion correspondent au niveau de qualité des mélanges comme suit:

Appréciation visuelle de la dispersion	Classement de la dispersion
9 à 10	Excellent
8	Bon
7	Acceptable
5 à 6	Douteux
3 à 4	Mauvais
1 à 2	Très mauvais

Dans la méthode E, la présence d'agglomérats est analysée au moyen d'un système de traitement d'image et un éclairage oblique de 30° sous grossissement effectif $\times 100$, puis notée sur une échelle numérique allant de 10 (excellent) à 1 (très mauvais). La note 10 correspond à l'absence de nodules d'un diamètre de 23 μm ou plus indiquant des agglomérats bien en dessous de ce niveau. La note 1 correspond au maximum de gros agglomérats qui peut se trouver dans la pratique. [ISO 11345:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afeccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afeccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>

5 Nombre d'essais

Au minimum cinq essais doivent être réalisés sur différentes parties de chaque éprouvette.

6 Méthode A — Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement $\times 30$

6.1 Généralités

La méthode A 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 examen visuel au microscope avec ou sans photographie, dont les résultats permettent de comparer l'éprouvette d'essai à un jeu de références sous la forme de transparents ou d'images électroniques mises en mémoire.

6.2 Appareillage

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

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

6.2.3 **Microscope binoculaire**, ($\times 30$), ou 6.2.4.

6.2.4 **Microscope binoculaire**, ($\times 30$), équipé d'un appareil photographique à développement instantané ou d'un appareil photo numérique ayant une résolution minimale de 2 mégapixels.

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

6.3 Éprouvette

6.3.1 Mélange vulcanisé

En utilisant le dispositif de coupe, découper une éprouvette ayant une section transversale d'environ 8 mm d'épaisseur et de 10 mm de largeur. 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.

6.3.2 Mélange non vulcanisé

Le mélange doit d'abord être 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 des feuilles minces de plastique dans un moule chauffé à 105 °C sous une pression de 1 kPa environ pendant 5 min. Il convient de prendre des précautions pour éviter un fluage excessif pendant cette opération. La surface à examiner doit, autant que possible être non déformée et sans défautuosité. 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.

6.4 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. Placer la source de lumière 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 présents dans les éprouvettes (qui se manifestent par des protubérances ou des dépressions superficielles) à celles des photographies de référence (voir Annexe A).

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

Attribuer à chaque mélange évalué sous la forme d'un nombre entier la notation numérique la plus proche. Pour un plus proche ajustement, utiliser une valeur fractionnaire; 5 1/2 indiquerait 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.

7 Méthode B — Examen au microscope à champ partagé sous grossissement × 30

7.1 Généralités

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 de visionnage 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 la technique au microscope optique à champ partagé 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 ou une caméra CCD.

Les références utilisées ici sont identiques aux photographies de référence de la méthode A.

7.2 Appareillage

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

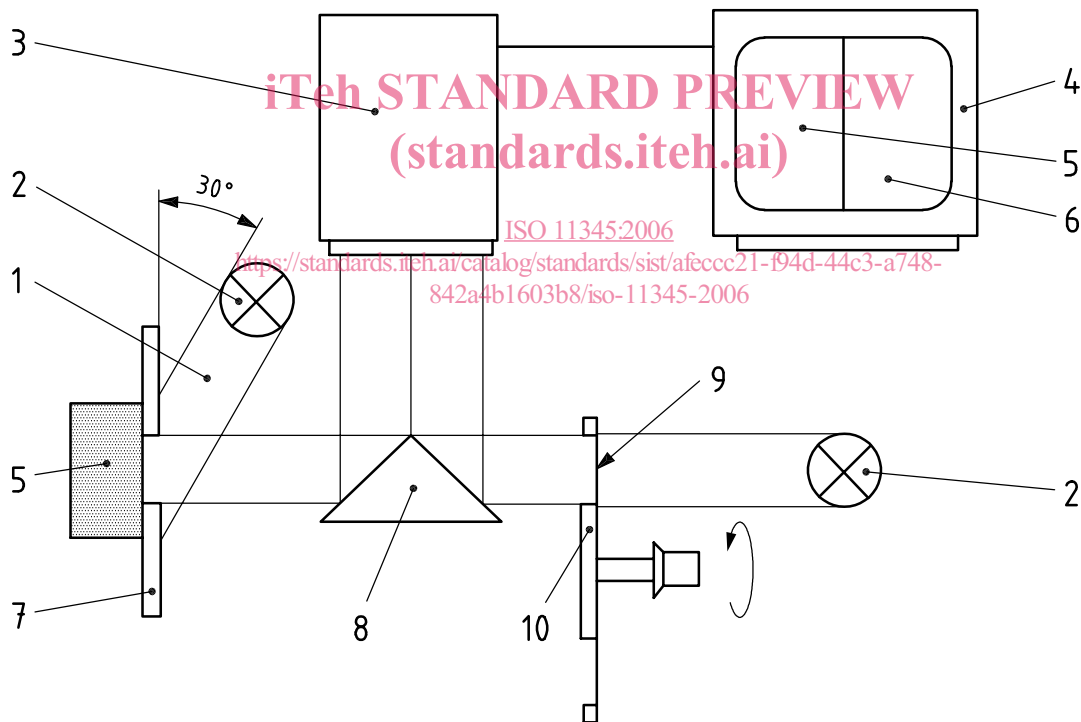
7.2.2 **Dispositif de coupe**, comportant un mécanisme faisant levier pour permettre de faire une coupe verticale et une fixation pour la lame de rasoir.

7.2.3 **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 chacune des 10 références avec l'image réfléchie de la surface de l'éprouvette. Les photographies de référence 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 est utilisée avec un moniteur vidéo pour obtenir une image composite juxtaposant les images de l'éprouvette et de la référence (Figures 1 et 2).

7.3 Éprouvette

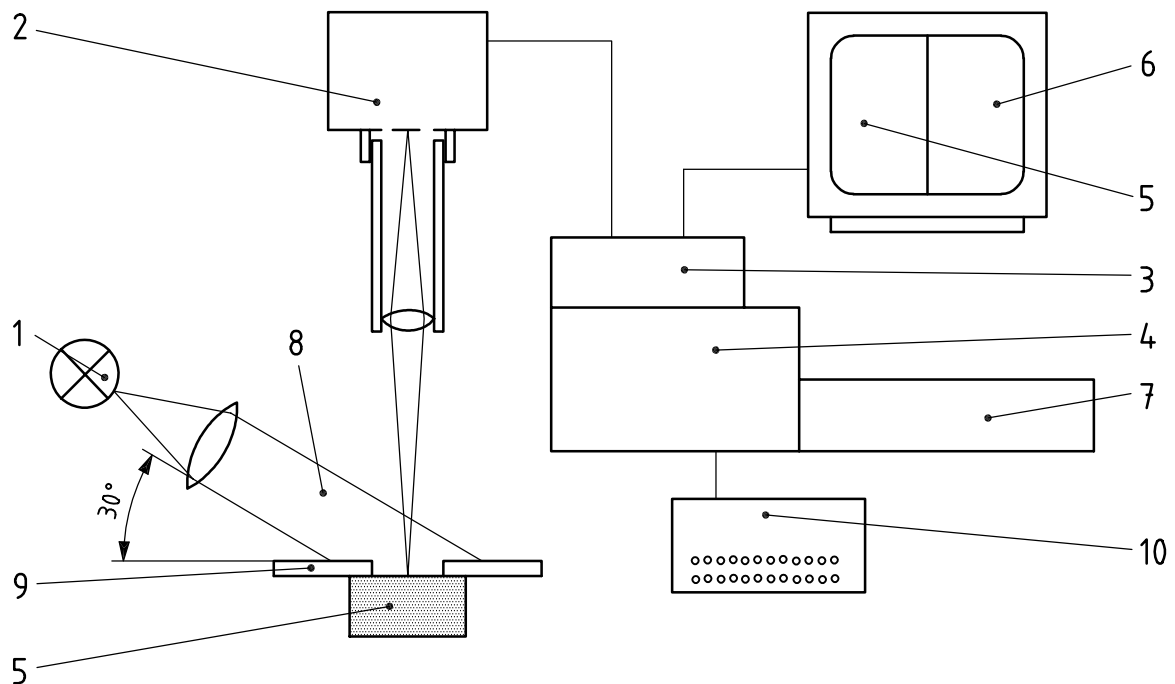
Les éprouvettes nécessaires pour la méthode B doivent être préparées de la même manière qu'en 6.3.



Légende

- | | |
|----------------|-----------------------|
| 1 lumière | 6 référence |
| 2 lampe | 7 porte-éprouvette |
| 3 caméra vidéo | 8 prisme |
| 4 moniteur TV | 9 diapositive étalon |
| 5 éprouvette | 10 porte-diapositives |

Figure 1 — Appareillage pour les méthodes B et D avec une caméra vidéo



Légende

- | | | | |
|---|-----------------|----|--|
| 1 | lampe | 6 | référence |
| 2 | caméra CCD | 7 | mémoire digitale (images de référence) |
| 3 | électronique | 8 | faisceau de lumière |
| 4 | microordinateur | 9 | porte-éprouvette |
| 5 | éprouvette | 10 | clavier |

Figure 2 — Appareillage pour la méthode B et D avec une caméra CCD

7.4 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. Placer l'éprouvette 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 présents dans l'éprouvette (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 photographies de référence celle qui ressemble la plus à la photographie prise de l'éprouvette par projection successive des photographies de référence à côté de l'image examinée.

Attribuer à chaque mélange évalué sous la forme d'un nombre entier la notation numérique la plus proche. Pour un plus proche ajustement, utiliser une valeur fractionnaire; 5 1/2 indiquerait 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.

8 Méthode C — Examen visuel au microscope avec ou sans photographie sous grossissement $\times 100$

8.1 Généralités

La méthode C est une méthode d'essai qui détermine le degré de dispersion du noir de carbone ou du noir de carbone/silice dans les mélanges à base de caoutchouc au moyen d'un examen visuel au microscope avec ou sans photographie, dont les résultats permettent de comparer l'éprouvette d'essai à un jeu de références sous la forme de transparents ou d'images électroniques mises en mémoire.

8.2 Appareillage

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

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

8.2.3 **Microscope binoculaire**, ($\times 100$), ou 8.2.4.

8.2.4 **Microscope binoculaire**, ($\times 100$), équipé d'un appareil photographique à développement instantané ou d'un appareil photo numérique ayant une résolution minimale de 2 mégapixels.

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

8.3 Éprouvette

Les éprouvettes nécessaires pour la méthode C doivent être préparées de la même manière qu'en 6.3.

8.4 Mode opératoire

ISO 11345:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afeccc21-f94d-44c3-a748-842a4b1603b8/iso-11345-2006>

Examiner l'éprouvette préparée avec le microscope binoculaire sous un éclairage oblique (angle d'incidence de 30°) pour accentuer les détails de surface. Placer la source de lumière 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 ou de noir de carbone/silice présents dans les éprouvettes (qui se manifestent par des protubérances ou des dépressions superficielles) à celles des photographies de référence. Utiliser le jeu de références qui ressemble le plus au principal type de charge utilisée dans le mélange. (Les rapports entre les photographies de référence sont illustrés à la Figure 3 ci-après.)

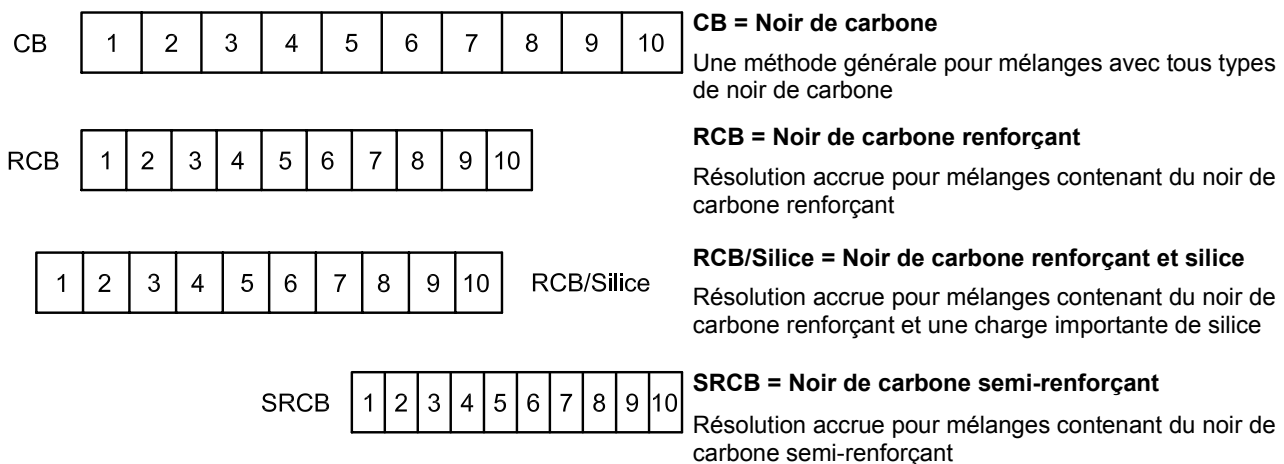


Figure 3 — Les principes des photographies de référence utilisés dans les méthodes C et D