
**Ingrédients de mélange du
caoutchouc — Silices hydratées
précipitées —**

Partie 3:

**Méthodes d'évaluation dans un
mélange de solution de caoutchouc
styrène-butadiène (S-SBR) et
butadiène (BR)**

ISO 5794-3:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9b063e260144/iso-5794-3>

*Rubber compounding ingredients — Silica, precipitated, hydrated —
Part 3: Evaluation procedures in a blend of solution styrene-
butadiene rubber (S-SBR) and butadiene rubber (BR)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5794-3:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Formules d'essai	2
4 Mode opératoire	2
4.1 Appareillage et mode opératoire.....	2
4.1.1 Généralités.....	2
4.1.2 Première étape.....	2
4.1.3 Seconde étape.....	3
4.1.4 Troisième étape.....	4
4.2 Essai du mélange non vulcanisé.....	5
5 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation	5
5.1 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre à disque oscillant.....	5
5.2 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre sans rotor.....	5
5.3 Évaluation d'après les caractéristiques de traction-allongement.....	5
5.4 Dureté.....	5
6 Fidélité	6
7 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5794-3:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011>

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 5794-3 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*.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ISO 5794 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Ingrédients de mélange de caoutchouc — Silices hydratées précipitées*:

- *Partie 1: Essais sur le produit brut* [ISO 5794-3:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-30006620d312-5794-3-2011)
- *Partie 2: Méthodes d'évaluation dans le caoutchouc styrène-butadiène* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-30006620d312-5794-3-2011>
- *Partie 3: Méthodes d'évaluation dans un mélange de solution de caoutchouc styrène-butadiène (S-SBR) et butadiène (BR)*

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées —

Partie 3:

Méthodes d'évaluation dans un mélange de solution de caoutchouc styrène-butadiène (S-SBR) et butadiène (BR)

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 5794 connaissent 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

La présente partie de l'ISO 5794 spécifie la formule d'essai, l'appareillage, le mode opératoire, et les méthodes d'essai pour la détermination des propriétés physiques des silices hydratées précipitées dans un mélange à base de caoutchouc styrène-butadiène et de caoutchouc butadiène. La formulation peut être considérée comme un mélange modèle pour les bandes de roulement de pneumatiques de voitures particulières à base de silice.

NOTE 1 L'ISO 5794-2[2] spécifie la formule d'essai, l'appareillage, le mode opératoire, et les méthodes d'essai pour la détermination des propriétés physiques des silices hydratées précipitées, dans un mélange caoutchouc de butadiène-styrène. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011>

NOTE 2 L'ISO 5794-1[1] spécifie les méthodes d'analyse chimique des silices précipitées hydratées, ainsi que leurs propriétés physiques et chimiques, et classe les silices en fonction de leur surface spécifique par adsorption d'azote.

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 37, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 48, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté (dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC)*

ISO 289-1, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

ISO 3417, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant*

ISO 6502, *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres*

3 Formules d'essai

La formule d'essai normalisée est donnée dans le [Tableau 1](#). La formule doit être utilisée pour tout type de silice précipitée en vue de son évaluation.

Des produits chimiques normalisés au niveau international ou national doivent être utilisés s'ils sont disponibles. Les ingrédients utilisés doivent être chimiquement identiques à ceux indiqués dans le [Tableau 1](#).

Pour les comparaisons interlaboratoires, le même type de S-SBR et de BR doit être utilisé.

4 Mode opératoire

4.1 Appareillage et mode opératoire

4.1.1 Généralités

L'appareillage et le mode opératoire pour la préparation, le mélangeage et la vulcanisation doivent être conformes à l'ISO 2393. Le mode opératoire suivant est un exemple qui a été trouvé approprié pour un mélangeur interne de 1,5 l de type Banbury¹⁾.

4.1.2 Première étape

- Coefficient de remplissage: 0,74.
- Vitesse de rotation: 70 r/min.
- Température initiale: 80 °C.
- Frottement: 1:1,11.
- Pression du piston: 0,55 MPa.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5794-3:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011>

Le mode opératoire de la première étape est donné de a) à j) ci-après.

	Durée min
a) Ajouter les polymères.	0,0 à 0,5
b) Ajouter la moitié de la silice, le noir de carbone/silane, le ZnO, l'acide stéarique, l'huile.	0,5 à 1,5
c) Nettoyer.	1,5
d) Ajouter la moitié de la silice, l'antioxydant, la cire.	1,5 à 3,5
e) Nettoyer.	3,5
f) Mélanger et ajuster la vitesse de rotation si nécessaire pour atteindre la température de décharge.	3,5 à 5,0
g) Décharger le mélange (température du mélange: 155 °C à 165 °C).	5,0

1) Banbury est le nom commercial d'un produit fourni par Farrel Corp. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

- h) Transférer dans le mélangeur à cylindre
- i) Former le manchon pendant 45 s en utilisant un écartement de 4 mm entre les cylindres.
- j) Stocker le mélange pendant 24 h à température ambiante avant de procéder à la seconde étape.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée

Ingrédient	Parties en masse
1 ^{ère} étape	
S-SBR, étendu avec du TDAE ^a	96,25
BR ^b	30
Silice précipitée	80
Noir de carbone N 330	6,4
Organosilane TESPT ^c	6,4
ZnO ^d	3
Acide stéarique ^e	2
Huile TDAE ^f	11,25
Antioxydant (6PPD) ^g	1,5
Cire ^h	1
2 ^{ème} étape (aucun ingrédient supplémentaire)	
3 ^{ème} étape	
DPG ⁱ	2
CBS ^j	1,5
TBzTD ^k	0,2
Soufre ^l	2,1
Total	243,6

^a Caoutchouc styrène-butadiène polymérisé en solution, étendu à l'huile du type extrait aromatique de distillat traité (TDAE), teneur en vinyl 50 % en masse, teneur en styrène 25 % en masse. La teneur en huiles est de 37,5 % en masse se référant à 100 parties de caoutchouc ou 27,3 % en masse se référant au matériau étendu à l'huile, respectivement.

^b Caoutchouc butadiène polymérisé en solution, fabriqué avec un catalyseur au néodyme, à teneur de 96 % de cis 1,4.

^c Pour plus de commodité, TESPT[bis (3-triéthoxysilylpropyl)tétrasilulfide] peut être ajouté sous la forme d'un mélange 50:50 avec du noir de carbone N 330. Si un tel adjuvant est utilisé, aucun noir de carbone supplémentaire n'est utilisé dans le mélange.

^d Oxyde de zinc, type indirect, classe B1a conformément à l'ISO 9298:1995,^[5] Tableau D.1.

^e Acide stéarique, mélange acide stéarique/acide palmitique 65/30, classe B conformément à l'ISO 8312^[3].

^f Extrait aromatique de distillat traité.

^g *N*-(1,3-Diméthylbutyl)-*N'*-phényl-*p*-phénylènediamine.

^h Cire, mélange d'hydrocarbures raffinés.

ⁱ *N,N'*-Diphénylguanidine.

^j *N*-Cyclohexyl-2-benzothiazylsulfénamide.

^k Disulfure de tétrabenzylthiurame.

^l Soufre, soluble (rhombique), classe W conformément à l'ISO 8332:2006,^[4] Tableau A.1.

4.1.3 Seconde étape

- Coefficient de remplissage: 0,71.
- Vitesse de rotation: 80 r/min.

ISO 5794-3:2011(F)

- Température initiale: 80 °C.
- Friction: 1:1,11.
- Pression du piston: 0,55 MPa.

Le mode opératoire de la seconde étape est donné de a) à f) ci-après.

	Durée min
a) Plastifier le mélange obtenu à la première étape.	0,0 à 2,0
b) Maintenir la température du mélange à 160 °C en ajustant la vitesse de rotation.	2,0 à 5,0
c) Décharger le mélange (température du mélange: 155 °C à 165 °C).	5,0
d) Transférer dans le mélangeur à cylindres.	
e) Tirer en feuille pendant 45 s en utilisant un écartement de 4 mm entre les cylindres.	
f) Stocker le mélange pendant 4 h à température ambiante avant de procéder à la troisième étape.	

4.1.4 Troisième étape

- Coefficient de remplissage: 0,68.
- Vitesse de rotation: 40 r/min.
- Température initiale: 50 °C.
- Frottement: 1:1,11.
- Pression du piston: 0,55 MPa.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c239d3d0-92b8-4fb5-9d9a-9606058e3d63/iso-5794-3-2011>
ISO 5794-3:2011

Le mode opératoire de la troisième étape est donné de a) à h) ci-après.

	Durée min
a) Ajouter le mélange obtenu à la seconde étape.	0,0 à 0,5
b) Ajouter le DPG, le CBS, le TBzTD et le soufre.	0,5 à 2,0
c) Décharger le mélange (température du mélangeur: 90 °C à 110 °C).	2,0
d) Transférer dans le mélangeur à cylindre.	
e) Former une feuille pendant 20 s en utilisant un écartement de 3 mm à 4 mm entre les cylindres.	
f) Pendant les 40 s qui suivent, découper trois fois à gauche, découper trois fois à droite, faire passer le mélange deux fois entre les cylindres par l'une de ses extrémités, en formant un rouleau utilisant un écartement des cylindres de 3 mm.	
g) À partir du mélange fraîchement préparé, former une feuille de l'épaisseur souhaitée.	
h) Stocker la feuille pendant au moins 12 h à température ambiante avant vulcanisation.	

4.2 Essai du mélange non vulcanisé

Déterminer la viscosité à 100 °C à l'aide d'un viscosimètre à cisaillement, conformément à l'ISO 289-1.

5 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

5.1 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$M_L, M_H, t_{s1}, t'_c(50) \text{ et } t'_c(90)$$

conformément à l'ISO 3417, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute);
- amplitude d'oscillation: 3° d'arc; 1° d'arc peut être utilisé, si nécessaire;
- sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H ;
- température de la matrice: 160 °C;
- durée de préchauffage: aucune.

5.2 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre sans rotor

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$F_L, F_{\max} \text{ à un temps spécifié, } t_{s1}, t_c(50) \text{ et } t_c(90)$$

conformément à l'ISO 6502, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute);
- amplitude d'oscillation: 0,5° d'arc;
- sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à F_{\max} ;
- température de la matrice: 160 °C;
- durée de préchauffage: aucune.

5.3 Évaluation d'après les caractéristiques de traction-allongement

Vulcaniser les plaques d'essai à 160 °C pendant 15 min.

Déterminer les propriétés de traction-allongement [contrainte de traction à 300 % d'allongement, contrainte de traction à 500 % d'allongement (si l'allongement à la rupture est supérieur à 600 %), résistance à la traction, et allongement à la rupture] conformément à l'ISO 37 en utilisant des éprouvettes de type 2.

5.4 Dureté

Déterminer la dureté conformément à l'ISO 48.