

---

---

**Poudrettes de caoutchouc  
vulcanisées — Méthodes d'évaluation**

*Vulcanized crumb rubber — Evaluation procedures*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 16097:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/TS 16097:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2013

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  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2014

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Essais physiques et chimiques sur les poudrettes de caoutchouc brut vulcanisé</b> .....	<b>2</b>
4.1    Classification.....	2
4.2    Détermination de la distribution granulométrique.....	2
4.3    Détermination de la teneur en acier libre.....	2
4.4    Détermination de la teneur en textile libre.....	2
4.5    Extrait acétonique.....	2
4.6    Cendres.....	2
4.7    Noir de carbone.....	2
4.8    Teneur en caoutchouc.....	2
<b>5</b> <b>Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation</b> .....	<b>2</b>
5.1    Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation.....	2
5.2    Mode opératoire.....	3
<b>6</b> <b>Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre</b> .....	<b>5</b>
6.1    Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant.....	5
6.2    Utilisation d'un rhéomètre sans rotor.....	6
<b>7</b> <b>Évaluation de l'indice viscosimétrique Mooney des mélanges d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	<b>6</b>
<b>9</b> <b>Évaluation de la dureté Shore des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b> <b>Évaluation des caractéristiques de résistance au déchirement des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>8</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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*.

# Poudrettes de caoutchouc vulcanisées — Méthodes d'évaluation

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie les méthodes d'essais physiques et chimiques, les formules d'essai normalisées, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation et des propriétés mécaniques des poudrettes de caoutchoucs vulcanisés.

Il n'est pas destiné à fournir des exigences ou des limitations, ou savoir si ces poudrettes de caoutchoucs vulcanisés peuvent être utilisées.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 34-1:2010, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la résistance au déchirement — Partie 1: Éprouvettes pantalon, angulaire et croissant*

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

ISO 247:2006, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*

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

ISO 1407:2011, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

ISO 1408, *Caoutchouc — Dosage du noir de carbone — Méthode pyrolytique et méthodes par dégradation chimique*

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*

ISO 7619-1, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté par pénétration — Partie 1: Méthode au duromètre (dureté Shore)*

CEN/TS 14243:2010, *Matériaux produits à partir de pneumatiques en fin de vie (PUNR) — Spécification de catégories basées sur leur(s) dimension(s) et impuretés et méthodes pour déterminer leur(s) dimension(s) et impuretés*

## 3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Prélever un échantillon de laboratoire d'environ 1,5 kg.

## 4 Essais physiques et chimiques sur les poudrettes de caoutchouc brut vulcanisé

### 4.1 Classification

Classifier les poudrettes de caoutchouc brut vulcanisé, en se basant principalement sur leurs dimensions, conformément à la CEN/TS 14243:2010, Article 4.

### 4.2 Détermination de la distribution granulométrique

Déterminer la distribution granulométrique conformément à la CEN/TS 14243:2010, Articles 5 et 6.

### 4.3 Détermination de la teneur en acier libre

Déterminer la teneur en acier libre conformément à la CEN/TS 14243:2010, Annexe B.

### 4.4 Détermination de la teneur en textile libre

Déterminer la teneur en textile libre conformément à la CEN/TS 14243:2010, Annexe C.

### 4.5 Extrait acétonique

Déterminer l'extrait par l'acétone conformément à de l'ISO 1407:2011, méthode A ou B.

### 4.6 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à l'ISO 247:2006, méthode A.

### 4.7 Noir de carbone

Déterminer la teneur en noir de carbone conformément à l'ISO 14083.

### 4.8 Teneur en caoutchouc

Déterminer la teneur en caoutchouc,  $R$ , en pourcentage (%), avec l'équation suivantes;

$$R = 100 - (a + b + c)$$

où

$a$  est l'extrait par acétone, en pourcentage (%);

$b$  est le taux de cendres, en pourcentage (%);

$c$  est le taux de noir de carbone, en pourcentage (%).

## 5 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation

### 5.1 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation

La formule d'essai normalisée est donnée dans le [Tableau 1](#).

Les ingrédients utilisés doivent être des matériaux de référence normalisés au niveau national ou international. En l'absence de matériau de référence normalisé, les ingrédients à utiliser doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

**Tableau 1 — Formule d'essai normalisée**

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchouc naturel STR 20 <sup>a</sup>	100,00
Poudrettes de caoutchouc vulcanisé	30,00 <sup>e</sup>
Noir de référence industriel <sup>b</sup>	5,00
Acide stéarique <sup>c</sup>	2,00
Oxyde de zinc <sup>c</sup>	3,00
Soufre <sup>c</sup>	2,25
TBBS <sup>d</sup>	1,00
<b>Total</b>	<b>143,25</b>

<sup>a</sup> Le caoutchouc Standard Thai Rubber 20 a été utilisé dans la formule d'essai normalisée pour la rédaction de la présente Spécification technique. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO recommande l'emploi exclusif de ce produit.

<sup>b</sup> Le noir de référence industriel doit être utilisé.

<sup>c</sup> Des ingrédients en poudre doivent être utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie).

<sup>d</sup> N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfénamide. Ce produit est fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles déterminée conformément à l'ISO 11235, inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à température ambiante dans un récipient fermé et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les 6 mois. Si l'on constate que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

<sup>e</sup> Le rapport approprié pour représenter le résultat de la poudrette de caoutchouc est de 30 parties en masse de poudrette de caoutchouc vulcanisé, tout en ayant une courte durée pour le mode opératoire de mélangeage. Et il permet la stabilisation de la distribution granulométrique de la poudrette.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013>

## 5.2 Mode opératoire

### 5.2.1 Appareillage et mode opératoire

L'appareillage et le mode opératoire pour la préparation, le mélangeage et la vulcanisation doivent être en conformité avec l'ISO 2393.

## 5.2.2 Mode opératoire de mélangeage – Mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne pour le mélangeage initial et d'un mélangeur à cylindres pour le mélangeage final

### 5.2.2.1 Etape 1 - Mode opératoire de mélangeage initial

	Durée min	Durée cumulée min
a) Régler la température du mélangeur interne de laboratoire à une température de démarrage de 50 °C ± 3 °C. Fermer la porte de décharge, démarrer le rotor, et relever le piston.	0	0
b) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston, et laisser se faire la mastication du caoutchouc.	1,0	1,0
c) Relever le piston et introduire l'oxyde de zinc, l'acide stéarique. Abaisser le piston et laisser se faire la mastication du mélange.	0,5	1,5
d) Relever le piston et ajouter le noir de carbone et la poudrette de caoutchouc. Abaisser le piston et laisser le mélange se faire.	0,75	2,25
e) Relever le piston et nettoyer le col du mélangeur et abaisser le piston. Laisser le mélange se faire.	0,5	2,75
<b>Durée totale (max.)</b>	<b>2,75</b>	
f) Arrêter le rotor, relever le piston, retirer la chambre de mélangeage et décharger le mélange. Enregistrer la température maximale du mélange.		
g) Passer immédiatement quatre fois le mélange dans un mélangeur à cylindres, dont les cylindres sont écartés de 2,5 mm et à une température de 50 °C ± 5 °C. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre		
h) Laisser reposer le mélange pendant une période comprise entre 30 min et 24 h après mélangeage.		

NOTE Un seul mode opératoire de mélangeage est utilisé pendant le mélangeage initial afin d'obtenir des résultats similaires pour la distribution granulométrique dans les différents mélanges.

### 5.2.2.2 Etape 2 - Mélangeage final au mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être basée sur la masse enregistrée du mélange.

Régler la température du mélangeur à 50 °C ± 5 °C et l'écartement des cylindres à 1,5 mm.

Un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si cela n'est pas obtenu avec les réglages d'écartement des cylindres spécifiés ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires.

	Durée min	Durée cumulée min
a) Former le manchon de mélange-maître sur le cylindre lent.	1,0	1,0
b) Ajouter le TBBS. Ne pas couper le manchon avant dispersion complète de l'accélérateur.	0,5	1,5
c) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.	0,5	2,0
d) Ajouter le soufre. Ne pas couper le manchon avant dispersion complète du soufre.	0,5	2,5
e) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.	0,5	3,0
f) Faire trois coupes aux 3/4 alternativement de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.	2,0	5,0
g) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement des cylindres à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en l'introduisant alternativement par chaque extrémité.	2,0	7,0

**Durée totale (max.)**

**7,0**

h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 6 mm et vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever suffisamment de matière pour l'essai au rhéomètre.

i) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques d'essai ou d'une autre épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau ou d'haltère conformément à l'ISO 37.

j) Après mélangeage et avant vulcanisation, conditionner à température ambiante le mélange pendant une période d'au moins 2 h jusqu'à 24 h maximum.

## 6 Evaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre

### 6.1 Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$M_L$ ,  $M_H$  à un temps défini,  $t_{s1}$ ,  $t'_c(50)$ ,  $t'_c(90)$ ,  $t'_c(95)$  et  $t'_c(99)$

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: 1° d'arc;

Une amplitude d'oscillation de 3° d'arc est permise en option. Si cette amplitude est choisie, mesurer  $t_{s2}$  au lieu de  $t_{s1}$ ;