
**Caoutchoucs régénérés et poudrettes
de caoutchoucs régénérés —
Évaluation de la dispersion dans les
mélanges de caoutchouc**

*Reclaimed rubbers and reclaimed crumb rubbers — Evaluation of
dispersion in rubber mixes*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 16098:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 16098:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
Web www.iso.org

Version française parue en 2014

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation de la dispersion des caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchoucs régénérés	1
3.1 Généralités.....	1
3.2 Formules d'essai normalisées.....	1
3.3 Mode opératoire	2
4 Mesurage de la dispersion des caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchouc régénéré	4
4.1 Généralités.....	4
4.2 Appareillage.....	4
4.3 Eprouvette.....	5
4.4 Mode opératoire d'essai.....	5
4.5 Traitement de l'image	5
4.6 Mesurage du diamètre équivalent circulaire (DEC).....	5
4.7 Mesurage de la fraction de surface.....	5
5 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 16098:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012>

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).

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).

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.

(standards.iteh.ai)

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107/ec-3145-4d15-face-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012>

L'ISO/TR 16098 a été élaboré 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*.

Caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchoucs régénérés — Évaluation de la dispersion dans les mélanges de caoutchouc

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique spécifie les matériaux de référence, les formules d'essai normalisées, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour l'évaluation de la dispersion des caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchoucs régénérés dans les mélanges de caoutchouc.

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

ISO 23529, Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques

3 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation de la dispersion des caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchoucs régénérés

3.1 Généralités

La capacité des caoutchoucs régénérés ou poudrettes de caoutchoucs régénérés à se disperser dans un mélange de caoutchouc est étudié par macroscopie optique. Ces matériaux sont mélangés dans un mélange-maître blanc en utilisant un mode opératoire de mélangeage par mélangeur de laboratoire à cylindres. Après vulcanisation, un tronçon d'une barre échantillon doit être utilisé pour évaluer la dispersion.

3.2 Formules d'essai normalisées

3.2.1 Mélange-maître blanc

La formule du mélange-maître pour l'évaluation de la dispersion 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 du mélange-maître

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchouc naturel TSR 3L	100,00
Acide stéarique ^a	1,50
Oxyde de zinc ^a	3,00
TiO ₂ anatase	105,00
Paraffine liquide	15,00
Total	224,50
^a Des ingrédients en poudre doivent être utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie).	

3.2.2 Formule d'incorporation pour l'évaluation de la dispersion des caoutchoucs régénérés ou poudrettes de caoutchoucs régénérés

La formule d'incorporation est donnée dans le Tableau 2.

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 2 — Formule d'incorporation pour l'évaluation de la dispersion des caoutchoucs régénérés

Ingrédient	Parties en masse
Mélange-maître blanc	100,00
Caoutchoucs régénérés ou poudrettes de caoutchoucs régénérés	10,00 ^c
Soufre ^a	2,50
TBBS ^b	1,00
Total	113,50
^a Des ingrédients en poudre doivent être utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie).	
^b 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.	
^c Cette charge de poudrette de caoutchouc de 10 parties a été estimée suffisante pour évaluer le degré de dispersion dans la matrice de caoutchouc.	

3.3 Mode opératoire

3.3.1 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.

3.3.2 Mode opératoire de mélangeage

3.3.2.1 Mélange-maître blanc – Mélangeage interne

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température du mélangeur interne pour obtenir une température finale de mélange de 120 °C en environ 5 min. Fermer la porte de décharge, régler le rotor à 50 rpm, démarrer le rotor et relever le pilon.	0	0
b) Introduire le caoutchouc. Abaisser le pilon et laisser se faire la mastication du caoutchouc.	1,0	1,0
c) Relever le piston et ajouter environ 75 % du TiO ₂ , en prenant soin d'éviter toute perte. Puis abaisser le pilon et laisser le mélange se faire.	1,0	2,0
d) Relever le piston et ajouter le reste de TiO ₂ et la paraffine liquide, en prenant soin d'éviter toute perte. Puis abaisser le pilon et laisser le mélange se faire.	1,0	3,0
e) Relever le piston et introduire l'oxyde de zinc et l'acide stéarique en prenant soin d'éviter toute perte. Puis abaisser le pilon et laisser le mélange se faire.	1,0	4,0
f) Relever le pilon et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le pilon et laisser le mélange se faire.	1,0	5,0
	Durée totale (max.)	5,0
g) Arrêter le rotor, relever le piston et décharger le mélange. Enregistrer la température maximale du mélange.		
h) 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.		
i) Laisser reposer le mélange pendant une période comprise entre 30 min et 24 h après mélangeage, si possible à température et humidité normales comme défini dans l'ISO 23529.		

3.3.2.2 Incorporation – Mélangeur de laboratoire à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être basée sur deux fois la masse de la formule. La température de surface des cylindres doit être maintenue à 50 °C ± 5 °C pendant toute la durée du mélangeage.

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 avec le mélangeur réglé à 50 °C ± 5 °C dont les cylindres sont écartés de 1,2 mm.	2,0	2,0
b) Ajouter le caoutchouc régénéré. Ne pas couper le manchon avant qu'il ne soit complètement incorporé.	0,5	2,5
c) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.	0,5	3,0
d) Ajouter le TBBS et le soufre de manière uniforme sur les cylindres, toujours écartés de 1,2 mm.	2,0	5,0
e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.	2,0	7,0
f) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement des cylindres à 1,2 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en l'introduisant alternativement par chaque extrémité.	2,0	9,0

Durée totale (max.) 9,0

- g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 10 mm, 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) Préparer des découpes pour les barre-échantillons ISO (voir 4.3).
- i) Après mélangeage et avant vulcanisation, conditionner à température ambiante le mélange pendant une période d'au moins 2 h jusqu'à 24 h maximum, si possible à température et humidité normales de laboratoire comme défini dans l'ISO 23529.

3.3.3 Mode opératoire de vulcanisation

Vulcaniser les éprouvettes (voir 4.3) à 150 °C ± 5 °C pendant 15 min.

4 Mesurage de la dispersion des caoutchoucs régénérés et poudrettes de caoutchouc régénéré

4.1 Généralités

Cette méthode est une méthode d'essai qui détermine la fraction de surface (c'est à dire la fraction de la surface occupée par le caoutchouc régénéré ou la poudrette de caoutchouc régénéré) et les diverses tailles des particules de caoutchouc régénéré ou de poudrette de caoutchouc régénéré dans un mélange-maître blanc à l'aide d'un microscope optique et d'un appareil photo numérique

4.2 Appareillage

4.2.1 lame de rasoir, avec un seul bord, dans un dispositif approprié.

4.2.2 Dispositif de découpe, avec un mécanisme de leviers afin de faire une coupe verticale et une pince pour la lame de rasoir.

4.2.3 **Macroscopie optique**, équipé d'un appareil photo numérique.

4.2.4 **Lampe** pour le microscope, donnant une forte intensité lumineuse.

NOTE Les observations sont faites avec un éclairage indirect et à un angle d'environ 60°.

4.3 Epreuve

En utilisant le dispositif de découpe, découper une éprouvette, à partir de la barre ISO, ayant une section d'environ 8 mm d'épaisseur et 10 mm de largeur. La surface doit être la plus plane possible. Ne pas toucher la surface qui est utilisée pour le mesurage. La lame doit être remplacée avant chaque nouvelle coupe, afin d'éviter les stries sur la coupe.

4.4 Mode opératoire d'essai

Disposer l'échantillon sur le porte-échantillon du microscope.

Régler le diaphragme du microscope optique et le temps d'acquisition de l'appareil photo numérique afin d'améliorer le contraste.

Régler l'angle de la lampe d'éclairage de la surface de l'échantillon, afin de diminuer l'intensité des points brillants sur la surface de l'échantillon.

Utiliser un grossissement, $G = \times 20$, afin de voir suffisamment d'objets sur la photographie, observer les différentes classes de particules et souligner leur distribution dans le mélange-maître.

Prendre suffisamment de photographies sur différentes zones de l'échantillon pendant le traitement d'image.

NOTE 10 photographies sont suffisantes pour des particules dispersées.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb6107ec-5145-4df3-9ace-0f5e826aed46/iso-tr-16098-2012>

4.5 Traitement de l'image

Utiliser un logiciel de traitement d'image du commerce.

NOTE Par exemple le logiciel AnalySis.

Convertir l'image couleur (24 bits) en image en niveaux de gris (8 bits) et inverser le contraste

Utiliser des filtres mathématiques pour augmenter le contraste des charges et améliorer l'image (réduction de bruit par lissage).

Convertir en image noir et blanc (image binaire de contraste).

4.6 Mesurage du diamètre équivalent circulaire (DEC)

Le diamètre équivalent circulaire (DEC) est le diamètre d'un cercle de surface égale à celle de la projection de la particule dans un plan; approprié aux méthodes d'imagerie de caractérisation de particules utilisé en microscopie. Le DEC est aussi appelé le diamètre de Heywood.

En raison de l'agrandissement de l'image, la mesure du DEC ne comprend pas les particules de taille inférieure à 5 μm .

Calculer un DEC moyen à partir de l'ensemble des DEC des particules individuelles. Une courbe de distribution de tailles des particules peut également être appropriée.

4.7 Mesurage de la fraction de surface

La fraction de surface est le pourcentage de la surface occupée par les particules. La valeur est déterminée pour chaque photographie par analyse d'image sur l'image binaire.