
**Ingrédients de mélange du
caoutchouc — Silice — Absorption
d'huile des silices précipitées**

*Rubber compounding ingredients — Silica — Oil absorption of
precipitated silica*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19246:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19246:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Matériaux	1
5 Équipement	2
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Note préliminaire.....	2
7.2 Détermination.....	3
7.2.1 Méthode A (échantillon en poudre, micro-perles).....	3
7.2.2 Méthode B (échantillons granulés).....	4
7.3 Évaluation.....	4
7.3.1 Évaluation de matériaux en poudre et micro-perle.....	4
7.3.2 Évaluation de matériaux granulés.....	5
8 Données de fidélité	5
9 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Normalisation de la chambre du mélangeur à l'aide de matériaux de référence	6
Annexe B (informative) Données de fidélité	12
Bibliographie	14

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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

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*.

Introduction

En raison de précautions relatives à la santé et à la sécurité environnementale, la détermination de l'indice d'absorption de DOA a été établie afin de remplacer la détermination de l'indice d'absorption de DBP.

Le phtalate de dibutyle (DBP) et le phtalate de dioctyle (DOP) ont été couramment utilisés dans le passé pour déterminer la capacité d'absorption des pigments et diluants, tels le noir de carbone et la silice. Depuis, les deux substances ont été interdites en tant que substances CMR (cancérogènes, mutagènes ou toxiques pour la reproduction) dans différents pays.

La recherche d'une alternative adéquate au DBP et au DOP, en particulier pour mesurer la capacité d'absorption des pigments polaires et des diluants, tels que la silice, les silicates de calcium et les silicates d'aluminium de sodium a été entreprise dans un groupe de travail de Association of Synthetic Amorphous Silica Producers (ASASP) entre 2004-2008. Parmi les différents liquides soumis à essai, tels que l'huile de lin, l'huile de paraffine, etc. le DOA a été trouvé comme la solution la plus appropriée conduisant à des indices d'absorption proches des mesure de DBP.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 19246:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19246:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fbf5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silice — Absorption d'huile des silices précipitées

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode générale pour déterminer la capacité d'absorption de liquide d'un pigment et d'un diluant en utilisant du di(2-éthylhexyl) adipate (DOA, CAS 103-23-1). La détermination de l'indice d'absorption DOA est effectuée au moyen d'un absorptiomètre équipé d'une mesure de couple et d'un système de traitement de l'information. L'indice d'absorption de DOA fournit une indication du volume de vide formé par les agrégats et agglomérats de pigments et de diluants.

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 787-2, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C*

ISO 787-11, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 11: Détermination du volume massique apparent et de la masse volumique apparente après tassement*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Principe

Pour la détermination de l'indice d'absorption de DOA, une quantité définie de pigment ou de diluant doit être transférée dans la chambre de mélangeage de l'absorptiomètre.

Sous malaxage permanent, le DOA est ajouté avec un débit constant. L'indicateur est le couple des malaxeurs. Alors que le couple est faible au début, il augmente rapidement au voisinage du point d'absorption liquide de l'échantillon et diminue après avoir atteint le couple maximal. L'état du mélange passe de l'écoulement libre à une consistance pâteuse.

Sur la base de la courbe de données brutes du couple et des réglages, un polynôme doit être calculé. La valeur à 70 % du couple maximal de ce polynôme de troisième ordre (courbe lissée) doit être utilisée pour l'évaluation de l'indice d'absorption de DOA.

4 Matériaux

4.1 di(2-éthylhexyl) adipate (DOA), ayant une masse volumique d'environ 0,9255 g/cm³ à 20 °C et un indice de réfraction $n(D, 20\text{ °C})$ d'environ 1,447.

4.2 Pigment ou diluant, tel que poudre ou micro-perles.

Il peut être ajouté directement dans la chambre de l'absorptiomètre. Dans le cas de l'essai matériaux granulés la détermination est effectuée en utilisant une fraction de granulométrie comprise entre 1,0 mm et 3,15 mm, qui est reçu par pré-tamassage.

5 Équipement

5.1 Absorptiomètre, avec burette et système de mesure, de stockage et d'évaluation des données relatives au couple du malaxeur.

Les équipements suivants¹⁾ peuvent être utilisés:

- Absorptiomètre E, Fa. Brabender, Duisburg (équipé avec fonctionnalités/unité d'évaluation étendues);
- Absorptiomètre C, Fa. Brabender, Duisburg;
- Absorptiomètre Hitec DBP, Fa. Hitec, Luxembourg.

5.2 Bécher.

5.3 Tamis, un avec une largeur de maille de 1,0 mm, et un second avec une largeur de maille de 3,15 mm.

5.4 Support de tamis.

5.5 Spatule en métal ou en plastique souple et brosse pour nettoyer la chambre de mélangeage.

5.6 Balance de précision, exactitude de 0,01 g.

5.7 Étuve, pouvant être maintenue à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6 Échantillonnage

ISO 19246:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>
(standards.iteh.ai)

Prélever un échantillon représentatif du matériau à soumettre à essai conformément à l'ISO 15528.

7 Mode opératoire

7.1 Note préliminaire

7.1.1 Les facteurs les plus importants suivants qui affectent la détermination doivent être soulignés.

- a) Porosité: la porosité du matériau est la véritable cause de l'absorption de liquide.
- b) Teneur en humidité: lorsque la teneur en humidité augmente, la capacité d'absorption diminue.
- c) Taille de particule: de même famille de matériaux, mais à différents degrés de broyage, la taille des particules peut influencer l'absorption de DOA. Cela est à prendre en compte pour la comparaison. En cas d'échantillons broyés extrêmement fin une surcharge en DOA en relation avec l'hétérogénéité du mélange peut se produire donnant des résultats dans des valeurs incorrectes.
- d) Poids de l'échantillon: avec une augmentation du poids de l'échantillon, l'indice spécifique d'absorption DOA diminue.

7.1.2 Réaliser la détermination en double.

1) Exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. 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 des produits ainsi désignés.

7.1.3 Pour éviter des résultats erronés, vérifier le tuyau d'alimentation avant de commencer la mesure. Il doit être exempt de bulles d'air. Si nécessaire, le tuyau doit être purgé et la burette remplie.

7.1.4 Il convient d'utiliser les paramètres suivants dans le programme.

7.1.4.1 Réglages de mesure

- Dosage (burette): 4,0 ml/min;
- Vitesse de rotation
 - Première palette: 125 min⁻¹;
 - Seconde palette: 250 min⁻¹;
- Température: 23 °C.

Il convient d'utiliser la température de 23 °C dans les paramètres comme une valeur cible. En fait, il convient que la température lors de la mesure soit comprise dans une plage de 23 °C ± 5 °C.

7.1.4.2 Évaluation

a) Fin de l'essai

- Seuil: 100 mNm;
- Heure de fin: 40 s après maximum;
- Limite de couple: 10 000 mNm.

b) Polynôme

- Pourcentage de départ: 50 % du couple maximum;
- Heure de fin: 20 s après maximum.

7.1.5 L'évaluation de l'état de vieillissement de l'absorptiomètre doit être effectuée conformément à l'[Annexe A](#).

7.2 Détermination

7.2.1 Méthode A (échantillon en poudre, micro-perles)

7.2.1.1 Il convient que la perte au séchage du matériau échantillon ne dépasse pas 10 %. Il convient que les matériaux avec une teneur en humidité élevée soient séchés à une valeur inférieure.

7.2.1.2 Peser 12,50 g ± 0,02 g du matériau échantillon à l'aide d'une balance de précision (5.6) dans un bécher (voir 5.2), transférer dans la chambre de mélangeage et entrer la masse de l'échantillon dans le programme.

Une masse d'échantillon de 12,5 g est considérée comme optimale pour la plupart des silices ou des silicates. Il est conseillé d'utiliser une goulotte intégrée ou séparée pour le remplissage de la chambre de mélangeage pendant le fonctionnement de l'absorptiomètre. Cela permet également dans le cas d'un matériau de faible masse volumique après tassement (< 150 g/l) d'ajouter la quantité totale de l'échantillon de 12,5 g une seule fois.

Dans le cas d'un matériau échantillon avec une masse volumique après tassement élevée (> 300 g/l), il est recommandé d'utiliser une quantité d'échantillon plus importante (de préférence 20,0 g) afin d'obtenir un remplissage suffisant de la chambre de mélangeage et des mesurages répétables.

La masse volumique après tassement doit être mesurée conformément à l'ISO 787-11.

Idéalement, il convient que la quantité d'échantillon soit prévue pour remplir suffisamment la chambre du mélangeur. Il convient de ne jamais travailler avec une trop faible quantité d'échantillon (il n'y a pas une augmentation suffisante du couple), il convient également que la chambre ne soit pas trop remplie, ce qui n'assurerait pas un mélangeage suffisant de l'échantillon. Toute utilisation d'une masse d'échantillon différente de 12,5 g doit être documentée dans le rapport d'essai.

7.2.1.3 Fermer le dispositif de sécurité de l'équipement, mettre la tuyauterie d'alimentation en position et commencer la détermination.

7.2.1.4 Une fois la détermination achevée, lire l'indice d'absorption de DOA (basé sur la substance originale) exprimée comme la valeur à 70 % du couple maximal du rapport de mesurage.

Pendant la détermination, cependant, dans la plage d'absorption maximale de DOA, le mélange de silice-DOA observable forme une pâte, ce qui est indiqué dans l'augmentation du couple. Après avoir atteint la valeur maximale, le couple diminue à des valeurs inférieures. L'indice d'absorption de DOA basé sur une substance originale en ml/100 g est la consommation de DOA liée à la quantité d'échantillon à 70 % du couple maximal du polynôme. Cette courbe polynômiale est calculée automatiquement à la fin de la détermination en fonction des paramètres (voir [7.1.3](#)) à l'aide des données brutes de la courbe de mesure du couple.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

7.2.1.5 Remplir la burette, s'il n'y a pas de mode de remplissage automatique, et nettoyer soigneusement la chambre de mélangeage et les palettes du malaxeur. Le mélange d'échantillon de DOA est disposé de manière appropriée, compte tenu des restrictions légales.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-33791a2625c1/iso-19246-2016>

Le mélange d'échantillon de DOA peut occasionner des difficultés pendant le nettoyage. Dans ce cas, il est recommandé d'ajouter une certaine portion poudre de silice, mettre en marche le malaxeur pour une courte durée uniquement et ensuite démonter la chambre de mélangeage pour nettoyage.

7.2.2 Méthode B (échantillons granulés)

7.2.2.1 Préparer une fraction granulométrique comprise entre 1,0 mm et 3,15 mm à l'aide des tamis appropriés ([5.3](#)).

7.2.2.2 La détermination supplémentaire doit être réalisée conformément à la méthode A.

7.3 Évaluation

7.3.1 Évaluation de matériaux en poudre et micro-perle

Le résultat de la détermination peut être donné comme l'absorption de DOA basée sur une substance d'origine ou en option comme l'absorption de DOA avec taux d'humidité corrigé, basé sur une substance sèche. Ce résultat doit être spécifié dans le rapport d'essais.

Le calcul de l'indice d'absorption d'DOA basé sur une substance sèche peut être calculé sur la base des [Formules \(1\)](#) et [\(2\)](#) et est donné sans décimale.

$$DOA_{\text{orig}} = DOA_{\text{dry}} \times p \quad (1)$$

et

$$p = \frac{100}{100 - LOD} \quad (2)$$

où

DOA_{orig} est l'absorption de DOA basé sur la substance originale, en ml/100 g;

DOA_{dry} est le nombre d'absorption de DOA basé sur une substance sèche, en ml/100 g;

p est le facteur de correction;

LOD est la perte au séchage (2 h à 105 °C), en %.

La perte au séchage (2 h à 105 °C) doit être déterminée séparément conformément à l'ISO 787-2.

7.3.2 Évaluation de matériaux granulés

Le résultat de la détermination est le nombre d'absorption de DOA basé sur la substance d'origine qui est donné sans décimale.

(standards.iteh.ai)

8 Données de fidélité

ISO 19246:2016

Voir l'[Annexe B](#). <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0fb5eac-ecbc-4df3-900f-35791a2823ef/iso-19246-2016>

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 19246:2016;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) la méthode utilisée (A ou B);
- d) l'indice d'absorption de DOA;
- e) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou toutes opérations considérées comme facultatives;
- f) toute caractéristique inhabituelle;
- g) la date de l'essai.