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

**Partie 2:
Méthodes d'évaluation dans le
caoutchouc styrène-butadiène**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber compounding ingredients — Silica, precipitated, hydrated —
Part 2: Evaluation procedures in styrene-butadiene rubber*

ISO 5794-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fcfb770-98b8-4b71-a979-b72364bcece7/iso-5794-2-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5794-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fcfb770-98b8-4b71-a979-b72364bcece7/iso-5794-2-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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

Publié en Suisse

Sommaire

Avant-propos	4
1 Domaine d'application	5
2 Références normatives	5
3 Echantillonnage	6
4 Formules d'essai	6
5 Mode opératoire	7
5.1 Appareillage et mode opératoire	7
5.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres	7
5.3 Essai du mélange non vulcanisé	8
6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation	8
6.1 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre à disque oscillant	8
6.2 Évaluation d'après l'essai au rhéomètre sans rotor.....	8
6.3 Évaluation d'après les caractéristiques de traction-allongement.....	8
6.4 Dureté.....	8
7 Fidélité	9
8 Rapport d'essai	9
Bibliographie	10

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 5794-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fcfb770-98b8-4b71-a979-b72364bcece7/iso-5794-2-2014>

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.

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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 5794-2:1998), dont elle constitue une révision technique avec les modifications suivantes:

- l'ISO 5794-3 est maintenant mentionnée dans le domaine d'application;
- les références normatives ont été mises à jour;
- les normes auxquelles il est fait référence pour les ingrédients des formule d'essai normalisées ont été déplacées vers la nouvelle section « Bibliographie »;
- la note 1 de bas de tableau du **Tableau 1** a été supprimée car le SBR 1500 EST n'est plus disponible.

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

- *Partie 1 : Essais sur le produit brut*
- *Partie 2 : Méthodes d'évaluation dans le caoutchouc styrène-butadiène*
- *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 2: Méthodes d'évaluation dans le caoutchouc styrène-butadiène

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 caoutchouc de butadiène-styrène.

L'ISO 5794-1 décrit 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.

L'ISO 5794-3 spécifie la formule d'essai, l'appareillage, le mode opératoire, et les méthodes d'essai pour déterminer les propriétés physiques de la silice hydratée précipitée dans un mélange basé sur une solution de caoutchouc styrène-butadiène et de caoutchouc butadiène.

ISO 5794-2:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fcfb770-98b8-4b71-a979-b72364bcece7/iso-5794-2-2014>

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité 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 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*

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

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

3 Echantillonnage

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 15528.

4 Formules d'essai

Deux formules d'essai normalisées sont données dans le Tableau 1, en fonction de la quantité d'activateur.

Les silices avec une grande surface spécifique nécessitent davantage d'activateur que les silices à surface spécifique plus réduite. 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.

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées

Ingrédient	Formule	
	1 Parties en masse	2 Parties en masse
SBR 1500	100	100
Silice (type A, B, C, D)	—	—
Silice (type E, F)	50	50
Oxyde de zinc ^a	5	5
Acide stéarique ^b	1	1
PEG 4000 ^c	3	1,5
MBTS	1,2	1,2
MBT	0,7	0,7
DPG	0,5	0,5
Soufre ^d	2	2
Total	163,4	161,9

^a ISO 9298:1995, Tableau D.1, classe B1a.

^b ISO 8312:1999, Tableau L.1, classe A, indice d'iode très faible.

^c Poly(éthylène glycol) (masse moléculaire relative 4 000).

^d ISO 8332:2011, Tableau A.1, qualité W.

5 Mode opératoire

5.1 Appareillage et mode opératoire

L'appareillage et le mode opératoire pour la préparation, le mélangeage et la vulcanisation doivent être conformes à l'ISO 2393.

5.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur à cylindres normalisé de laboratoire doit être égale à quatre fois la masse de la formule d'essai. La température de surface des cylindres doit être initialement de $25\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ avec un refroidissement convenable. La masse du mélange obtenu ne doit pas différer de plus de +0,5 % ou -1,5 % de la masse totale des ingrédients.

	Durée min	Durée cumulée min
5.2.1 Former le manchon de caoutchouc avec un écartement des cylindres réglé à 1mm. Ajouter l'oxyde de zinc et l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 toutes les 30 s de chaque côté alternativement.	3	3
5.2.2 Ajouter 1/3 de la silice et faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.	5	8
5.2.3 Ajouter 1/3 de la silice et faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.	5	13
5.2.4 Ajouter 1/3 de la silice et l'activateur. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.	6	19
5.2.5 Ajouter lentement le soufre et l'accélérateur et de façon uniforme sur le caoutchouc. Lorsque tous les ingrédients ont été incorporés faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.	3	22
5.2.6 Couper le manchon et le retirer du mélangeur, régler l'écartement des cylindres de 0,8 mm à 1 mm et faire passer le mélange 3 fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'une de ses extrémités.	1,5	23,5
5.2.7 Couper le manchon et le retirer du mélangeur, régler l'écartement des cylindres de 3 mm à 3,5 mm et faire passer le mélange 3 fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'une de ses extrémités.	1,5	25
Durée totale :		25
5.2.8 Tirer le manchon fraîchement préparé en une feuille de 6 mm d'épaisseur pour les échantillons destinés à la détermination des caractéristiques de vulcanisation, et en une feuille de 2,2 mm d'épaisseur pour la préparation des éprouvettes d'essai de traction.		
5.2.9 Conditionner le mélange pendant 18 h à 24 h avant vulcanisation, si possible, à température et humidité normales de laboratoire telles que définies dans l'ISO 23529.		

5.3 Essai du mélange non vulcanisé

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

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants conformément à l'ISO 3417:

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

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.

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants conformément à l'ISO 6502:

F_L , F_{max} à un temps défini, t_{s1} , $t'_c(50)$ et $t'_c(90)$

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.

6.3 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.

6.4 Dureté

Déterminer la dureté conformément à l'ISO 48.

7 Fidélité

La fidélité de l'essai peut varier en fonction du type de silice et des propriétés du caoutchouc soumis à l'essai.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 5794, c'est-à-dire ISO 5794-2:2014;
- b) tous les détails nécessaires pour l'identification de l'échantillon;
- c) formule d'essai normalisée utilisée (1 ou 2);
- d) indice consistométrique du mélange (voir 5.3);
- e) caractéristiques de vulcanisation (voir 6.1 ou 6.2);
- f) caractéristiques de traction-allongement (voir 6.3);
- g) dureté (voir 6.4);
- h) toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 5794 ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que toute opération considérée comme optionnelle;
- i) date de l'essai.

ISO 5794-2:2014
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fcfb770-98b8-4b71-a979-b72364bcece7/iso-5794-2-2014>