



**HAL**  
open science

## Etude rhéo-optique des mécanismes de dispersion d'agglomérats de silice dans une matrice élastomère sous l'action d'un cisaillement

Céline Roux, Innocent Boudimbou, Patrick Navard, Edith Peuvrel-Disdier

### ► To cite this version:

Céline Roux, Innocent Boudimbou, Patrick Navard, Edith Peuvrel-Disdier. Etude rhéo-optique des mécanismes de dispersion d'agglomérats de silice dans une matrice élastomère sous l'action d'un cisaillement. Colloque Annuel du Groupe Français d'Etudes et Applications des Polymères, Nov 2008, Lyon, France. hal-00847836

**HAL Id: hal-00847836**

**<https://minesparis-psl.hal.science/hal-00847836>**

Submitted on 24 Jul 2013

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Etude rhéo-optique des mécanismes de dispersion d'agglomérats de silice dans une matrice élastomère sous l'action d'un cisaillement

Céline ROUX, Innocent BOUDIMBOU, Patrick NAVARD, Edith PEUVREL-DISDIER \*  
Mines-ParisTech, CEMEF  
UMR CNRS/Ecole des Mines de Paris 7635, BP 207, 06904 Sophia-Antipolis, France

\* edith.disdier@mines-paristech.fr

## Introduction :

Le noir de carbone et la silice sont des charges classiquement utilisées pour renforcer une matrice élastomère dans les applications pneumatiques. Pour avoir un pouvoir renforçant, la charge doit être la plus petite possible pour développer le maximum d'interaction avec la matrice. La silice comme le noir de carbone se présentent initialement sous forme d'agglomérats. La charge et l'élastomère sont mélangés dans un mélangeur interne dont l'objectif est de disperser (réduction de la taille jusqu'à la taille souhaitée) et distribuer la charge au sein de la matrice. Ces deux processus con-comittants sont primordiaux pour les propriétés finales du pneumatique.

La plupart des études concernant la dispersion d'une charge dans une matrice élastomère reposent sur des études en mélangeur interne avec des informations indirectes sur les mécanismes de dispersion, soit via les paramètres du mélangeur (évolution du couple), soit via la caractérisation après mélangeage de l'état de dispersion résultant. Nous avons dans notre cas choisi d'utiliser une technique rhéo-optique (cellule contra-rotative couplée à un microscope optique) pour observer in-situ pendant l'écoulement les mécanismes de dispersion. L'étude actuelle concerne les mécanismes de dispersion d'agglomérats de silice dans une matrice élastomère. Cette étude a été menée dans le cadre d'un projet de recherche financé par la FIMMM (Fondation des Industries Minérales, Minières et Métallurgistes). Dans cette étude, nous nous sommes intéressés au comportement d'un agglomérat de silice sous l'action des contraintes hydrodynamiques générées par l'écoulement de la matrice élastomère. L'effet d'un agent de recouvrement a aussi été étudié. Cette étude se poursuit dans le cadre du projet DURAMAT mis en place par le Pôle de Compétitivité AXELERA.

## Dispositif expérimental et matériaux :

La géométrie de cisaillement est une géométrie contra-rotative où les deux plateaux en verre sont soumis à des vitesses de rotation réglables indépendamment et opposées en sens. L'intérêt d'une telle géométrie est de stabiliser la position d'une particule en suspension dans une matrice soumise à un cisaillement dans le référentiel du laboratoire (Figure 1) tout en permettant d'observer son comportement sous l'effet de l'écoulement.

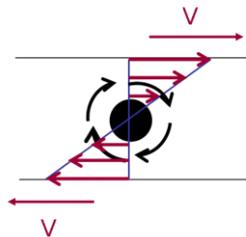


Figure 1 : Représentation schématique de l'écoulement dans une géométrie contra-rotative.

La silice est une silice précipitée Z1115MP de Rhodia. La matrice est un copolymère styrène-butadiène SBR 25E de chez Michelin. Les essais de dispersion sont réalisés à 120°C.

### Résultats :

Les mécanismes classiques de dispersion sont la rupture et l'érosion. Nous avons dans un travail précédent [1] observé et caractérisé ces mécanismes sur des agglomérats de noir de carbone dans une matrice SBR (copolymère styrène-butadiène). La figure 2 illustre ces mécanismes.

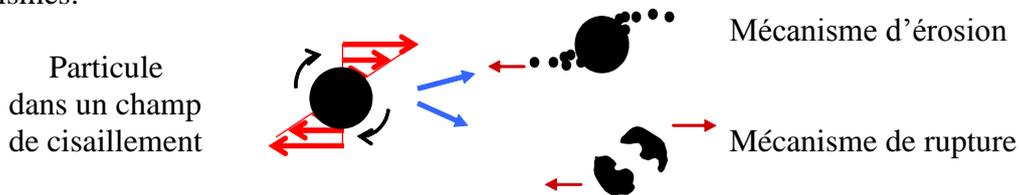


Figure 2 : Représentation schématique des mécanismes d'érosion et de rupture

Nous n'avons pas dans le cas de la silice Z1115MP mis en évidence les mécanismes d'érosion ou de rupture dans les conditions testées. Nous avons observé :

- sur les agglomérats de silice brute (rayon compris entre 10 et 100  $\mu\text{m}$ ) un mécanisme de désintégration. Ce mécanisme se produit comme la rupture au-delà d'un taux de cisaillement critique, soit d'une contrainte critique. Ce mécanisme est plus efficace que la rupture car il conduit à une fragmentation en une multitude de petits fragments (entre 1 et 5  $\mu\text{m}$ ),
- sur des agglomérats complètement infiltrés par la matrice un mécanisme complètement différent de dislocation. La dispersion de l'agglomérat se passe au-delà d'une contrainte critique. Nous observons dans un premier temps une rupture de l'enveloppe externe de l'agglomérat, suivie de la déformation de l'agglomérat et enfin la dislocation de l'agglomérat infiltré.

Pour mieux comprendre ces mécanismes, nous avons étudié l'effet de la taille des agglomérats sur les conditions d'apparition de ces mécanismes. Pour modifier la cohésion de la silice, nous avons traité chimiquement la silice avec un agent de recouvrement (triéthoxy-octyl-silane). L'agent de recouvrement réagit avec les sites silanols de la silice ce qui diminue la cohésion de la silice. L'effet de ce traitement sur les mécanismes de dispersion a été étudié. L'ensemble de ces résultats sera présenté et discuté.

### Conclusion :

Les mécanismes de dispersion mis en évidence dans le cas de la silice Z1115MP sont complètement différents de ceux qui avaient été observés dans la même matrice pour le noir de carbone. Les mécanismes de dispersion dépendent des contraintes hydrodynamiques, des contraintes de cohésion de la charge et des interactions charge/silice. Les mécanismes observés seront discutés en fonction de ces paramètres.

### Référence :

1. V. COLLIN, E. PEUVREL-DISDIER, "Dispersion mechanisms of carbon black in an elastomer matrix", *Elastomery* 9, 9-15 (2005)