

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4658

Deuxième édition
1990-12-15

**Caoutchouc acrylonitrile-butadiène (NBR) —
Méthode d'évaluation**

Rubber, acrylonitrile-butadiene (NBR) — Evaluation procedure
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4658:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3553b1a7-ccae-4821-8a0e-707afd3d4f7a/iso-4658-1990>



Numéro de référence
ISO 4658:1990(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4658 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4658:1980), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Caoutchouc acrylonitrile-butadiène (NBR) — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essais physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients, la formule d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essais pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs acrylonitrile-butadiène (NBR).

ISO 1795:1974, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.*

ISO 1796:1982, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

ISO 2393:1973, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO 3417:1977, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 37:1977, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres.*

ISO 248:1979, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 289:1985, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney.*

ISO 471:1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 6502:1983, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Une pièce de masse 1500 g environ doit être prélevée conformément à l'ISO 1795.

3.2 La préparation de la prise d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1796.

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289 sur une prise d'essai préparée comme indiqué en 3.2. Noter le résultat en ML (1 + 4) à 100 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles en utilisant la méthode du mélangeur chaud prescrite dans l'ISO 248.

Certains caoutchoucs ont tendance à adhérer aux cylindres avec la méthode du mélangeur chaud; dans ce cas, la méthode par étuvage à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ peut être utilisée.

4.3 Taux de cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à l'ISO 247.

5 Confection du mélange pour l'évaluation des caoutchoucs NBR

5.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau 1.

Les ingrédients doivent être des produits de référence NIST^{*)}, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 1 ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Appareillage et mode opératoire

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

5.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à quatre fois la masse correspondant à la formule.

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écarts de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

Deux modes opératoires différents peuvent être utilisés.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs NBR

Ingrédient	Produit de référence NIST N° de référence	Parties en masse
NBR	—	100,00
Oxyde de zinc	370	3,00
Soufre ¹⁾	—	1,50
Acide stéarique	372	1,00
Noir de carbone type HAF ²⁾	—	40,00
TBBS ³⁾	384	0,70
Total		146,20

1) Un lot normalisé de soufre revêtu de carbonate de magnésium à 2 %, référence M 266573-P, peut être obtenu de C.P. Hall and Co., 4460 Hudson Drive, Stow, Ohio 44224, USA.

Cette qualité de soufre doit être obligatoirement utilisée dans le mode opératoire 1 prescrit en 5.2.2.1.

Pour le mode opératoire 2, prescrit en 5.2.2.2, il faut utiliser le soufre NIST n° 371 ou un autre produit de référence normalisé équivalent.

2) On doit utiliser le noir de référence IRB (Industry Reference Black) ou un autre produit national ou international de référence.

3) *N-tert-butyl-2-benzothiazole-sulfénamide*. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matière insolubles dans l'éther ou dans l'éthanol inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à la température ambiante dans un récipient fermé, et la teneur en matières insolubles dans l'éther ou dans l'éthanol doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

5.2.2.1 Mode opératoire 1

Dans ce mode opératoire, on doit utiliser le soufre revêtu de carbonate de magnésium et la température de la surface des cylindres doit être maintenue à $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant le mélangeage.

*) National Institute of Standards and Technology (autrefois National Bureau of Standards) des USA.

	Durée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, former un manchon de caoutchouc	2,0
Pour les polymères NBR polymérisés à chaud, la mastication peut durer jusqu'à 4 min.	
b) Ajouter l'oxyde de zinc, l'acide stéarique et le soufre	2,0
c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
d) Ajouter régulièrement la moitié du noir de carbone en le répartissant uniformément sur toute la longueur du caoutchouc	5,0
e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
f) Ajouter régulièrement le restant du noir en le répartissant uniformément sur toute la longueur du caoutchouc	5,0
g) Ajouter l'accélérateur	1,0
h) Lorsque tout l'accélérateur a été incorporé, faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
i) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts	2,0
Durée totale	23,0 (max. 25,0)

j) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.

k) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux.

l) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

5.2.2.2 Mode opératoire 2

Dans ce mode opératoire, on utilise du soufre non revêtu que l'on mélange préalablement avec le caoutchouc pour qu'il soit bien dispersé.

5.2.2.1 Préparation du mélange-maître au soufre

Pendant cette opération, la température de la surface des cylindres doit être maintenue à 80 °C ± 5 °C.

	Durée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, former un manchon de caoutchouc	2,0
Pour les polymères NBR polymérisés à chaud, la mastication peut durer jusqu'à 4 min.	
b) Ajouter lentement le soufre en le répartissant uniformément sur toute la longueur du caoutchouc	3,0
c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
Durée totale	7,0 (max. 9,0)

d) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Le laisser reposer durant 0,5 h à 2,0 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

5.2.2.2 Opération de mélangeage

Pendant toute la durée du mélangeage, la température de la surface des cylindres doit être maintenue à 50 °C ± 5 °C.

	Durée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, faire un manchon de mélange-maître de soufre	2,0
b) Ajouter l'oxyde de zinc et l'acide stéarique	2,0

Poursuivre conformément aux prescriptions de 5.2.2.1, c) à l).

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L , M_H au bout d'une durée déterminée t_{s1} , $t'_c(50)$ et $t'_c(90)$

conformément à l'ISO 3417 ou l'ISO 6502, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

fréquence
d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute)
amplitude
d'oscillation: 1° arc
sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H

NOTE 1 Avec certains caoutchoucs, 75 % ne peut être atteint.

température de la matrice: 160 °C ± 0,3 °C
durée de chauffage précédant l'oscillation: nulle

7 Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés

Vulcaniser les plaques à 150 °C, en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes: 20 min, 30 min, 40 min, 50 min et 60 min.

On peut également vulcaniser les plaques à 145 °C durant 25 min, 35 min, 50 min et 75 min. Ces conditions donneront des résultats différents de ceux obtenus en vulcanisant à 150 °C.

Les trois durées de vulcanisation doivent être choisies de manière qu'on obtienne des vulcanisats respectivement sous-vulcanisés, optimaux et survulcanisés du caoutchouc en essai.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

Mesurer les caractéristiques en traction conformément à l'ISO 37.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) produits de référence utilisés;
- d) méthode utilisée pour la détermination de la teneur en matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- e) mode opératoire utilisé pour la confection du mélange d'essai (mode opératoire 1 ou mode opératoire 2);
- f) durée au bout de laquelle M_H a été mesuré dans l'article 6;
- g) essai au rhéomètre utilisé dans l'article 7 (ISO 3417 ou ISO 6502);
- h) température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 7;
- i) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- j) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- k) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- l) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4658:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3553b1a7-ccae-4821-8a0e-707afd3d4f7a/iso-4658-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4658:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3553b1a7-ccae-4821-8a0e-707afd3d4f7a/iso-4658-1990>

CDU 678.762.2:678.01

Descripteurs: caoutchouc, caoutchouc butadiène-nitrile acrylique, essai, essai physique, essai chimique, essai de vulcanisation.

Prix basé sur 4 pages
