

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4659

Troisième édition
1989-10-01

**Caoutchouc butadiène-styrène (mélanges-maîtres
avec du noir de carbone ou avec du noir de
carbone et de l'huile) — Méthode d'évaluation**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Rubber, styrene-butadiene (carbon black or carbon black and oil masterbatches) —
Evaluation procedure*
(standards.iteh.ai)

ISO 4659:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bd2a604-cc1f-4702-b5b5-531246315ef1/iso-4659-1989>



Numéro de référence
ISO 4659 : 1989 (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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 4659 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

ISO 4659:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bd2a604-cc1f-4702-b5b5->

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4659:1981). Les principales différences techniques de cette nouvelle édition de l'ISO 4659 par rapport à la deuxième édition sont les suivantes:

- un nouvel article «échantillonnage et préparation de l'échantillon» a été introduit en tant qu'article 3;
- un nouvel article «essais physiques et chimiques sur le mélange-maître non vulcanisé» a été introduit en tant qu'article 4;
- en 5.2.2.5, la durée de l'opération a été réduite de 3 min à 2 min;
- un nouvel article «rapport d'essai» a été introduit en tant qu'article 8.

© ISO 1989

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 butadiène-styrène (mélanges-maîtres avec du noir de carbone ou avec du noir de carbone et de l'huile) — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essai physiques et chimiques applicables aux mélanges-maîtres non vulcanisés,
- les ingrédients, la formule d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des mélanges-maîtres de caoutchouc butadiène-styrène (SBR) avec du noir de carbone ou avec du noir de carbone et de l'huile.

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

ISO 1796: 1987, *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: 1978, *Caoutchouc — Détermination des 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.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Une pièce de masse 1 500 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 mélange-maître non vulcanisé

4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289, sur une prise d'essai préparée comme indiqué dans l'ISO 1796.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 248.

4.3 Taux de cendres

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

5 Confection du mélange d'essai pour l'évaluation des mélanges-maîtres SBR

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 NIST¹⁾, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 1, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des mélanges-maîtres SBR

Ingrédient	Produit de référence NIST N° de référence	Parties en masse
Mélange-maître	—	100 + x ^{*)} + y ^{**)}
Oxyde de zinc	370	3,00
Soufre	371	1,75
Acide stéarique	372	1,50
TBBS ^{***)}	384	1,25
Total		107,50 + x + y

*) x est le nombre de parties de noir de carbone pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître.

**) y est le nombre de parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître.

***) *N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfénamide*. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières 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 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 final mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être un multiple de la moitié de la masse totale de la formule le plus voisin de 525 g, mais ne dépassant pas cette valeur. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 50 °C ± 5 °C pendant toute la durée du mélangeage.

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

	Durée (min)
5.2.2.1 Former un manchon de mélange-maître avec les cylindres écartés de 1,4 mm	2,0
5.2.2.2 Ajouter le soufre lentement, en le répartissant uniformément sur le mélange-maître	2,0
5.2.2.3 Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
5.2.2.4 Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS	3,0
5.2.2.5 Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2,0
5.2.2.6 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	13,0

5.2.2.7 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 à disque oscillant.

5.2.2.8 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.

5.2.2.9 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.

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$M_L, M_H \text{ ou } M_{HR}, t_{s1}, t'_c(50) \text{ et } t'_c(90)$$

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

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

fréquence d'oscillation:	1,7 Hz (100 cycles par minute)
amplitude d'oscillation:	1° d'arc
sélectivité:	à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H ou M_{HR}
	NOTE — Avec certains mélanges-mâtres, 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 145 °C, en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les suivantes: 15 min, 25 min, 35 min, 50 min et 75 min.

On peut également vulcaniser les plaques à 150 °C en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les suivantes: 15 min, 20 min, 25 min, 30 min, 35 min et 50 min. Ces conditions donneront des résultats différents de ceux obtenus avec les conditions normales de vulcanisation.

Les trois durées de vulcanisation doivent être choisies de manière qu'on obtienne des vulcanisats respectivement sous

vulcanisés, optimaux et survulcanisés du mélange-mâtre 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:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;
- produits de référence utilisés;
- méthode utilisée pour la détermination de la teneur en matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 7;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- 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;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4659:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bd2a604-cc1f-4702-b5b5-531246315ef1/iso-4659-1989>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4659:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bd2a604-cc1f-4702-b5b5-531246315ef1/iso-4659-1989>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4659:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5bd2a604-cc1f-4702-b5b5-531246315ef1/iso-4659-1989>

CDU 678.746.22-136.22 : 678.01

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc synthétique, caoutchouc butadiène-styrène, vulcanisation, essai, essai de vulcanisation.

Prix basé sur 3 pages
