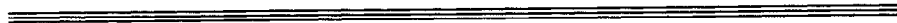


NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**7663**

Troisième édition  
1995-10-15



**Caoutchoucs isobutène-isoprène  
halogénés (BIIR et CIIR) — Méthodes  
d'évaluation**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

**(standards.iteh.ai)**

*Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR) — Evaluation  
procedures*

ISO 7663:1995

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26c47ce9-a8a2-4dd5-8b88-  
de484b9f17dd/iso-7663-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26c47ce9-a8a2-4dd5-8b88-de484b9f17dd/iso-7663-1995)



## 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 7663 a été élaborée par le comité technique 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 7663:1994), à laquelle un avertissement et, pour information, une méthode de mélangeage au mélangeur interne miniature (voir annexe A) ont été ajoutés.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

# Caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés (BIIR et CIIR) — Méthodes d'évaluation

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut;
- les ingrédients normalisés, la formule d'essai normalisée, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour l'évaluation des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés (BIIR et CIIR).

### 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 7663:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/20047ce9-a817-44d3-3088-4e484b9f17dd/iso-7663-1995>

ISO 37:1994, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction.*

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

ISO 248:1991, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 289-1:1994, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney.*

ISO 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai.*

ISO 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

ISO 2393:1994, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO 3417:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

ISO 6502:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.*

### 3 Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure

Un échantillon de laboratoire d'environ 1,5 kg doit être prélevé conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 1795.

### 4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

#### 4.1 Viscosité Mooney

Préparer une prise d'essai sans passage sur outil à cylindres, selon la méthode préconisée de l'ISO 1795.

Déterminer la viscosité Mooney conformément à l'ISO 289-1, en utilisant un temps de rotation de 8 min. Exprimer la viscosité en tant que ML (1 + 8) à 125 °C.

#### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à la méthode par étuvage prescrite dans l'ISO 248.

#### 4.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode B prescrite dans l'ISO 247:1990.

### 5 Préparation des mélanges d'essais pour l'évaluation des caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés

#### 5.1 Formule d'essai normalisée

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

Les ingrédients doivent être des matériaux de référence normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

**Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés**

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchouc isobutène-isoprène halogéné (BIIR ou CIIR)	100,0
Oxyde de zinc	5,0
Acide stéarique	1,0
Noir de référence IRB <sup>1)</sup>	40,0
	<hr/>
	146,0

1) IRB courant.

#### 5.2 Mode opératoire

##### 5.2.1 Appareillage et mode opératoire

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

Une méthode de mélangeage supplémentaire, à utiliser avec des mélangeurs internes miniatures, est donnée dans l'annexe A, uniquement à titre d'information.

##### 5.2.2 Mélangeage sur outil à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à deux fois la masse correspondant à la formule. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 40 °C ± 5 °C pendant tout le mélangeage.

En raison de l'influence importante de l'humidité sur la vulcanisation des caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés, une attention particulière doit être apportée au conditionnement du noir de carbone et au stockage pour limiter l'absorption d'eau en les plaçant dans des récipients étanches.

Les écartements des cylindres doivent être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres. Si l'on ne peut y parvenir avec les écartements des cylindres prescrits, de légers ajustements de ces écartements peuvent être nécessaires.

Mélanger l'acide stéarique et le noir de carbone dans un récipient convenable avant de commencer le mélangeage.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 0,65 mm, former le manchon de caoutchouc sur le cylindre lent.	1,0	1,0
b) Ajouter le mélange d'acide stéarique et de noir de carbone, en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Remettre sur le mélangeur tous les ingrédients qui seraient tombés dans le bac.	9,5	10,5
c) Lorsque tout le mélange d'acide stéarique et de noir de carbone a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.  Ne pas faire les coupes avant que tout le noir visible ait été incorporé.	0,5	11,0
d) Ajouter l'oxyde de zinc.	3,0	14,0
e) Lorsque tout l'oxyde de zinc a été incorporé, faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	16,0
f) 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, alternativement.	2,0	18,0
g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et déterminer la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en faire un autre. Prélever un échantillon suffisant pour l'essai au rhéomètre à disque oscillant.		
h) Immédiatement après, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau conformément à l'ISO 37.		

i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.

## 6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

### 6.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

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

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

Une amplitude d'oscillation de 3° d'arc est autorisée comme alternative. Si une telle amplitude est choisie, mesurer  $t_{s2}$  au lieu de  $t_{s1}$ .

sélectivité: À choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à  $M_H$ .

température de la matrice: 160 °C ± 0,3 °C

durée de chauffage précédant l'oscillation: Nulle

### 6.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor (à cisaillement ou torsion)

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$F_L$ ,  $F_{max}$  à un temps défini,  $t_{s1}$ ,  $t'_{0,50}$  et  $t'_{0,90}$

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

fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute)

amplitude d'oscillation:	0,5° d'arc
	Une amplitude d'oscillation de 1° d'arc est autorisée comme alternative. Si une telle amplitude est choisie, mesurer $t_{s2}$ au lieu de $t_{s1}$ .
sélectivité:	À choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à $F_{max}$ .
température de la matrice:	160 °C ± 0,3 °C
durée de chauffage précédant l'oscillation:	Nulle

NOTE 1 Les deux types de rhéomètres peuvent donner des résultats différents.

## 7 Évaluation des caractéristiques en traction

Vulcaniser les plaques à 150 °C pendant 15 min, 30 min et 45 min.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h à une température et, si possible, une humidité normales de laboratoire définies 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:

- une référence à la présente Norme internationale;
- tous les détails nécessaires pour l'identification de l'échantillon;
- la température utilisée pour la détermination de la viscosité Mooney;
- les ingrédients de référence utilisés;
- les paramètres du conditionnement utilisés en 5.2.2 i) et dans l'article 7;
- pour l'article 6:
  - le type de rhéomètre utilisé et la norme de référence,
  - la valeur du temps pour  $M_H$  ou  $F_{max}$ , et
  - l'amplitude d'oscillation utilisée pour l'essai à l'aide d'un rhéomètre;
- toute particularité inhabituelle qui aurait été observée lors des déterminations;
- toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que toute opération considérée comme optionnelle;
- les résultats et les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.tch.at)

ISO 7663:1995

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/7663-1995

de484b9f17dd/iso-7663-1995

## Annexe A (informative)

### Méthode de mélangeage au mélangeur interne miniature

NOTE 2 Les mélanges préparés en utilisant le mode opératoire prescrit dans la présente annexe ne donneront pas les mêmes résultats que ceux obtenus par mélangeage sur outil à cylindres, mais ces résultats peuvent être corrélés.

Pour un mélangeur interne miniature ayant une capacité nominale de 64 cm<sup>3</sup>, une masse de mélange égale à 0,48 fois la masse correspondant à la formule (c'est-à-dire 0,48 × 146,0 g = 70,08 g) a été jugée convenable.

**A.1** Mélanger avec la température du mélangeur interne miniature maintenue à 60 °C ± 3 °C et la vitesse des rotors sans charge de 6,3 rad/s à 6,6 rad/s (de 60 tr/min à 63 tr/min).

**A.2** Conditionner le noir de carbone durant 1 h à 125 °C ± 3 °C. L'épaisseur de la couche de noir de carbone ne doit pas dépasser 10 mm. Ces conditions sont critiques avec le caoutchouc butyl halogéné ou une simple vulcanisation à l'oxyde de zinc est utilisée.

Préparer le caoutchouc en le passant une fois dans un mélangeur à cylindres dont la température est réglée à 50 °C ± 5 °C et l'écartement des cylindres à 0,5 mm. Couper la feuille en bandes d'une largeur de 20 mm environ.

**A.3** Mettre le mélangeur en route et vérifier que les conditions prescrites en A.1 sont satisfaites.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Introduire l'acide stéarique, l'oxyde de zinc et le noir de carbone d'abord, puis les 3/4 du caoutchouc, abaisser le piston et commencer le mesurage du temps.	0,0	0,0

b) Laisser le mélange se faire, relever le piston momentanément pour entraîner le mélange vers le bas, si nécessaire. Ajouter le reste du caoutchouc.	1,5	1,5
c) Laisser le mélange se faire.	3,5	5,0

**A.4** Arrêter le moteur, relever le piston, enlever la chambre et décharger le mélange. Noter la température du mélange. La température finale du mélange après 5 min de mélangeage ne doit pas dépasser 120 °C. Sinon, la masse du mélange ou la température du mélangeur doivent être ajustées pour qu'une telle condition soit respectée.

**A.5** Faire passer immédiatement le mélange deux fois entre les cylindres d'un mélangeur écartés de 3 mm et réglés à 40 °C ± 5 °C, ou le comprimer durant 5 s avec une force de 100 kN entre deux tôles d'acier inoxydable dans une presse à froid réglée à 30 °C ± 5 °C.

**A.6** Déterminer la masse du mélange et l'enregistrer. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en faire un autre.

**A.7** Prélever une éprouvette sur le mélange pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation conformément à l'ISO 3417. Conditionner l'éprouvette durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.

**A.8** Le cas échéant, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation des plaques ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau conformément à l'ISO 37.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 7663:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26c47ce9-a8a2-4dd5-8b88-de484b9f17dd/iso-7663-1995>

---

---

**ICS 83.060**

**Descripteurs:** caoutchouc, caoutchouc brut, caoutchouc synthétique, caoutchouc isobutène-isoprène, essai, essai de vulcanisation, estimation, caractéristique.

Prix basé sur 5 pages

---

---