
**Caoutchouc butadiène (BR) — Types
polymérisés en solution — Méthode
d'évaluation**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Rubber, butadiène (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation
procedures*

ISO 2476:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1bf0dd38-969f-4f46-b5bb-3ba327ca16a0/iso-2476-1996>



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 2476 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*.

ISO 2476:1996

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2476:1988), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1996

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

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Méthode 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.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essais physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients, les formules d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs butadiène (BR) polymérisés en solution, y compris les types étendus à l'huile (OEBR), et des caractéristiques en traction-allongement des mélanges vulcanisés.

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 37:1994, *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 d'élastomères — 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.*

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées.*

3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai

3.1 Un échantillon pour laboratoire d'environ 1,5 kg doit être prélevé conformément à l'ISO 1795.

3.2 La préparation de la prise d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1795.

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Indice consistométrique Mooney

Déterminer l'indice consistométrique conformément à l'ISO 289-1, sur une prise d'essai préparée comme indiqué dans l'ISO 1795 (de préférence sans passage sur outil à cylindres). Si un passage sur outil à cylindres est nécessaire, maintenir la température de surface des cylindres du mélangeur à $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

Noter le résultat en tant que ML (1 + 4) à 100 °C .

4.2 Matières volatiles

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

4.3 Taux de cendres

Déterminer la teneur en cendres conformément à l'ISO 247.

5 Préparation des mélanges d'essais pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène

5.1 Formules d'essai normalisées

Deux formules d'essai normalisées sont données dans le tableau 1.

Les ingrédients utilisés doivent être des matériaux de référence normalisés par les organismes nationaux ou internationaux (ou, si aucun matériau de référence normalisé n'est disponible, tels que convenus par les parties intéressées).

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées pour l'évaluation des caoutchoucs BR

Ingrédient	Parties en masse	
	Caoutchouc non étendu à l'huile	Caoutchouc étendu à l'huile
Caoutchouc butadiène	100,00	100,00 ¹⁾
Oxyde de zinc	3,00	3,00
Noir de référence IRB courant	60,00	60,00
Acide stéarique	2,00	2,00
Huile de type ASTM 103 ²⁾	15,00	—
Soufre	1,50	1,50
TBBS ³⁾	0,90	0,90
Total	182,40	167,40
Masse volumique calculée, g/cm ³	1,11	1,14 à 1,16 ⁴⁾

1) 100 parties de caoutchouc étendu à l'huile signifie 100 parties de caoutchouc, huile incluse

2) Cette huile, de masse volumique = $0,92\text{ g/cm}^3$, peut être obtenue en quantités de 3,8 litres et 19 litres auprès de Sun Oil, Industrial products Dept., 1608 Walnut Street, Philadelphia, PA 19103, USA. D'autres huiles, telles que Circosol 4240, R.E. Caroll IRM 43 ou Shellflex 724, peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats légèrement différents.

L'huile du type ASTM 103 a les caractéristiques suivantes:

viscosité cinématique à 100 °C : $16,8\text{ mm}^2/\text{s} \pm 1,2\text{ mm}^2/\text{s}$
constante de viscosité-gravité: $0,889 \pm 0,002$

La constante de viscosité-gravité (CVG) est calculée d'après la viscosité Saybolt Universal à $37,8\text{ °C}$ et la densité relative (poids spécifique) à $15,5/15,5\text{ °C}$. Utiliser l'équation suivante pour calculer la CVG d'après les propriétés mesurées:

$$\text{CVG} = \frac{10d - 1,075 \cdot 2 \log_{10}(v - 38)}{10 - \log_{10}(v - 38)}$$

où

d est la densité relative (poids spécifique) à $15,5/15,5\text{ °C}$;
 v est la viscosité Saybolt Universal à $37,8\text{ °C}$.

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

4) Basée sur un caoutchouc butadiène étendu à 37,5 % d'huile.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Généralités

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

5.2.2 Méthodes de mélangeage

Quatre méthodes de mélangeage sont prescrites:

Méthode A — Préparation du mélange-maître et du mélange final en utilisant un mélangeur interne

Méthode B — Préparation du mélange-maître en utilisant un mélangeur interne, et pour la préparation du mélange final en utilisant un mélangeur à cylindres

Méthodes C1 et C2 — Préparation du mélange en utilisant un mélangeur à cylindres.

NOTES

- 1 Ces méthodes peuvent donner des résultats différents.
- 2 Le mélangeage des caoutchoucs butadiène polymérisés en solution sur mélangeur à cylindres, en utilisant la formule d'essai normalisée, est plus difficile que celui des autres caoutchoucs, et l'utilisation d'un mélangeur interne permet d'obtenir de meilleurs résultats. Avec certaines qualités de caoutchouc butadiène, il n'est pas possible d'obtenir de bons mélanges en utilisant un mélangeur à cylindres.

5.2.2.1 Méthode A — Préparation du mélange-maître et du mélange final en utilisant un mélangeur interne

5.2.2.1.1 Phase 1 — Mélangeage initial

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température (50 °C ± 5 °C est recommandée), la vitesse des rotors et la pression du piston du mélangeur interne afin d'obtenir les conditions décrites en 5.2.2.1.1e). Fermer la porte de décharge, mettre les rotors en marche, et relever le piston.	—	—
b) Introduire la moitié du caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile (sauf dans le cas du caoutchouc butadiène étendu à l'huile), l'acide stéarique et le reste du caoutchouc. Abaisser le piston.	0,5	0,5

c) Laisser travailler le mélange.	3,0	3,5
d) Relever le piston et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston.	0,5	4,0
e) Décharger le mélange soit lorsque la température de 170 °C est atteinte, soit après 6 mois au maximum, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint.	2,0	6,0
f) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 5,0 mm et maintenus à une température de 50 °C ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de + 0,5 % ou - 1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.		

5.2.2.1.2 Phase 2 — Mélangeage final

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Refroidir le mélangeur interne jusqu'à une température de 40 °C ± 5 °C avec la circulation d'eau grande ouverte à travers les rotors. Mettre les rotors en marche et relever le piston.	—	—
b) Maintenir le circuit d'eau de refroidissement ouvert et le circuit de vapeur fermé. Dans la moitié du mélange-maître, répartir tout le soufre et le TBBS, le rouler en feuille et l'introduire dans le mélangeur. Ajouter le restant du mélange-maître. Abaisser le piston.	0,5	0,5
c) Laisser travailler le mélange soit jusqu'à atteindre la température de 110 °C soit 3 min au maximum, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint.	2,5	3,0
d) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 0,8 mm et maintenus à une température de 50 °C ± 5 °C.		

- e) 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.
- f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de + 0,5 % ou – 1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.
- g) 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.

5.2.2.2 Méthode B — Préparation du mélange-maître en utilisant un mélangeur interne et du mélange final en utilisant un mélangeur à cylindres

5.2.2.2.1 Phase 1 — Mélangeage initial

Procéder conformément à 5.2.2.1.1.

5.2.2.2.2 Phase 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres

Couper 720,0 g (dans le cas de caoutchouc non étendu à l'huile) ou 660,0 g (dans le cas de caoutchouc étendu à 37,5 % d'huile) dans le mélange-maître. Peser des masses d'agents de vulcanisation égales à quatre fois celles correspondant à la formule (c'est-à-dire 6,0 g de soufre, 3,6 g de TBBS, etc.).

Maintenir un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, les modifier légèrement.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler et maintenir les cylindres à une température de $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et à un écartement de 1,5 mm. Former le mélange-maître et former le manchon de caoutchouc sur le cylindre avant.	1,0	1,0
b) Ajouter lentement le soufre et le TBBS. Ajouter le matériau qui est tombé dans le bac.	1,0	2,0
c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	1,5	3,5

- d) 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.

1,5 5,0

- e) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de + 0,5 % ou – 1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.
- f) 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.

5.2.2.3 Méthodes C1 et C2 — Préparation du mélange en utilisant un mélangeur à cylindres

La mise en œuvre sur mélangeurs à cylindres des caoutchoucs butadiène polymérisés en solution est délicate. Si l'on dispose d'un mélangeur interne, on préférera les méthodes A et B qui conduisent à une meilleure dispersion des ingrédients. Dans le cas contraire, deux méthodes peuvent être utilisées:

- la méthode C1 utilisable pour ces caoutchoucs, qu'ils soient étendus à l'huile ou non;
- la méthode C2, seulement utilisable pour les caoutchoucs non étendus à l'huile, mais qui est plus facile à réaliser et avec laquelle la dispersion des ingrédients est meilleure.

Lorsqu'elles sont appliquées aux caoutchoucs butadiène polymérisés en solution, les méthodes C1 et C2 peuvent conduire à des résultats différents. Il est donc impératif d'utiliser la même méthode lors d'essais interlaboratoires ou lorsqu'on procède à une série d'essais comparatifs.

5.2.2.3.1 Méthode C1

Peser une masse, en grammes, de mélange égale à trois fois celle correspondant à la formule (c'est-à-dire $3 \times 182,40\text{ g} = 547,20\text{ g}$ ou $3 \times 167,40\text{ g} = 502,20\text{ g}$). Maintenir la température à $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant toute la durée du mélangeage, en ajustant les conditions de refroidissement des cylindres.

Maintenir un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, les modifier légèrement.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,3 mm, former le manchon de caoutchouc	1,0	1,0
NOTE 3 Les caoutchoucs non étendus à l'huile peuvent nécessiter un mélangeage plus long pour obtenir un bon manchon.		
b) Ajouter régulièrement l'oxyde de zinc et l'acide stéarique, en les répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	3,0
c) Ajouter régulièrement le noir de carbone, en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Lorsque la moitié environ du noir a été incorporée, régler l'écartement des cylindres à 1,8 mm et ajouter le reste du noir de carbone, y compris celui qui est tombé dans le bac. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, à 30 s d'intervalle.	15,0 à 18,0	18,0 à 21,0
d) Ajouter très lentement, goutte à goutte, l'huile (sauf dans le cas du caoutchouc butadiène étendu à l'huile).	8,0 à 10,0	26,0 à 31,0
e) Ajouter le soufre et le TBBS. Ajouter le matériau qui est tombé dans le bac.	2,0	28,0 à 33,0
f) Faire six coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	30,0 à 35,0
g) 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	32,0 à 37,0
h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de +0,5 % ou -1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer		

les essais au rhéomètre.

- i) 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.

5.2.2.3.2 Méthode C2

Peser une masse, en grammes, de mélange égale à deux fois celle correspondant à la formule (c'est-à-dire $2 \times 182,40 \text{ g} = 364,80 \text{ g}$). Maintenir la température à $35 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ pendant toute la durée du mélangeage, en ajustant les conditions de refroidissement des cylindres. Ajouter les ingrédients lentement et en les répartissant uniformément sur toute la longueur des cylindres. Ne pas faire de coupes avant que tous les ingrédients n'aient été totalement incorporés.

Maintenir un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, les modifier légèrement.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Les cylindres étant écartés de $0,45 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$, former à deux reprises le manchon de caoutchouc, puis le tirer en feuille. Faire successivement deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	2,0
b) Ajouter l'acide stéarique et l'oxyde de zinc. Faire successivement trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	4,0
c) Ajouter successivement la moitié de l'huile, puis la moitié du noir de carbone. Faire successivement sept coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	12,0	16,0
d) Ajouter successivement le reste de l'huile et du noir de carbone. Réincorporer le noir de carbone qui est tombé dans le bac. Faire sept coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	12,0	28,0
e) Ajouter le TBBS et le soufre. Faire six coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	4,0	32,0

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2476:1996

<https://standards.iteh.ai/standards/sist/16a0/iso-2476-1996>

- f) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement de 0,7 mm 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. 3,0 35,0
- g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de + 0,5 % ou - 1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.
- h) 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.

6 Conditionnement des mélanges

Conditionner tous les mélanges, quelle que soit la méthode utilisée (A, B, C1 ou C2), durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normalisées de laboratoire définies dans l'ISO 471.

7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

7.1 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

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

NOTE 4 Avec certains caoutchoucs, 75 % peut ne pas être atteint.

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

durée de chauffage précédant l'oscillation: Nulle

7.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor

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

sélectivité: À choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à F_{max} .

NOTE 5 Avec certains caoutchoucs, 75 % peut ne pas être atteint.

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

durée de chauffage précédant l'oscillation: Nulle

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

Vulcaniser les plaques à 145 °C durant 25 min, 35 min et 50 min, ou, en variante, à 150 °C durant 20 min, 30 min et 50 min. 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 une température et une humidité normalisées de laboratoire définies dans l'ISO 471.

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

9 Fidélité

9.1 Généralités

La détermination de la fidélité, exprimée par les limites de répétabilité et de reproductibilité, a été effectuée conformément à l'ISO/TR 9272. S'y reporter pour les concepts de fidélité et pour la nomenclature. L'annexe B de la présente Norme internationale donne des lignes directrices pour l'utilisation de la répétabilité et de la reproductibilité.

9.2 Programme d'essais interlaboratoires

9.2.1 Un programme d'essais interlaboratoires a été organisé en 1987. Des formules ont été choisies ba-

sées sur deux types de BR. Les mélanges correspondants ont été préparés à deux reprises et à environ une semaine d'intervalle, dans chacun des 17 laboratoires participant aux essais. La formule 1 contient un BR non étendu à l'huile et la formule 2 un BR étendu à l'huile.

Seule la méthode C1 (mélangeur à cylindres) de la présente Norme internationale a été utilisée pour la préparation des mélanges.

Les mélanges ont été préparés à l'aide d'échantillons de tous les produits nécessaires, spécialement fournis à chaque laboratoire avant les essais. Pour chaque produit, les échantillons ont été prélevés sur des lots uniformes et homogènes. Les essais de traction ont été effectués sur les feuilles vulcanisées de chaque mélange comme prescrit dans le programme d'essais.

9.2.2 Pour les déterminations du module (contrainte pour un allongement de 300 %), de la résistance et de l'allongement pour-cent à la rupture, le résultat d'essai est exprimé par la médiane de cinq déterminations individuelles, comme prescrit dans l'ISO 37. Les 17 laboratoires ont effectué ces déterminations sur éprouvettes en forme d'haltère. Cinq d'entre eux les ont aussi effectuées sur éprouvettes en forme d'anneau. Une fidélité de type 2 a été déterminée. La répétabilité et la reproductibilité ont été estimées sur une période de temps de quelques jours.

9.3 Précision des résultats

9.3.1 Les résultats sont donnés dans le tableau 2 pour les éprouvettes en forme d'haltère et dans le tableau 3 pour les éprouvettes en forme d'anneau.

Les symboles utilisés dans les tableaux 2 et 3 sont définis comme suit:

r = répétabilité, en unités de mesure. C'est la valeur au-dessous de laquelle la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai, au sein d'un même laboratoire, est supposée demeurer avec une probabilité prescrite.

(r) = répétabilité, en pour-cent (relative).

Les deux résultats d'essais sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essais nominale-ment identiques et dans les mêmes conditions (même opérateur, appareil, laboratoire et période de temps prescrite); en l'absence d'autre indications, la probabilité est de 95 %.

R = reproductibilité, en unités de mesure. C'est la valeur au-dessous de laquelle la valeur absolue de la

différence entre deux résultats d'essai, entre laboratoires, est supposée demeurer avec une probabilité prescrite.

(R) = reproductibilité, en pour-cent (relative).

Les deux résultats d'essai sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essais nominale-ment identiques mais dans des conditions différentes (laboratoires, opérateurs et appareils différents); en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %.

9.3.2 Se rappeler que les résultats de cet essai de fidélité ne sont valables que pour la méthode de mélangeage sur mélangeur à cylindres de l'ISO 2476:1988, *Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Méthode d'évaluation* (méthode C1 de la présente édition).

NOTE 6 Pour la procédure générale pour l'utilisation des résultats de fidélité et leur interprétation, voir ISO/TR 9272.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires pour l'identification de l'échantillon;
- c) la formule d'essai normalisée utilisée;
- d) les ingrédients de référence utilisés;
- e) la méthode choisie pour la détermination de la teneur en matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- f) la méthode de mélangeage utilisée en 5.2.2;
- g) la température et les durées de vulcanisation utilisées dans l'article 8;
- h) toute particularité inhabituelle qui aurait été observée lors des déterminations;
- i) 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;
- j) les résultats et les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- k) la date de l'essai.