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

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

ISO 4659:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-3678504489f2/iso-4659-1997>



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 4659 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 4659:1997](#)

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 4659:1989), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-9073504489/iso-4659-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

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

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée 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'essai 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-styrène en mélanges-maîtres avec du noir de carbone ou avec du noir de carbone et de l'huile.

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 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:—¹⁾, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.*

ISO 11235:—²⁾, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs du type sulfénamide — Méthodes d'essai.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Un échantillon de laboratoire de masse 1,5 kg environ 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 (sans passage sur outil à cylindres).

Si un passage sur outil à cylindres est nécessaire, utiliser un mélangeur ayant ses surfaces de cylindre maintenues à une température de $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et consigner ce fait dans le rapport d'essai.

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

[ISO 4659:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-3678504489f2/iso-4659-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-3678504489f2/iso-4659-1997>

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 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène-styrène

5.1 Formules d'essai normalisées

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

Les ingrédients doivent être des produits de référence normalisés par les organismes nationaux ou internationaux. Si ces ingrédients normalisés ne sont pas disponibles, les ingrédients utilisés devront faire l'objet d'un agrément par les parties concernées.

1) À publier. (Révision de l'ISO 6502:1991)

2) À publier.

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

| Ingrédient | Parties en masse |
|----------------------|--------------------------|
| Mélange-maître | $100 + x^{*)} + y^{**)}$ |
| Oxyde de zinc | 3,00 |
| Soufre | 1,75 |
| Acide stéarique | 1,50 |
| TBBS ^{**)} | 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-benzothiazyle-2-sulfénamide*. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles, déterminée conformément à l'ISO 11235, inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à la température ambiante dans un récipient fermé, et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le TBBS 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 valeur standard du facteur masse du mélange mis en œuvre doit être choisie à 0,5 près en vue d'obtenir la valeur de la masse la plus grande possible sans toutefois dépasser 525 g. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 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, on peut être amené à les modifier légèrement.

| | Durée (min) | Durée cumulée (min) |
|---|----------------|------------------------|
| a) Former un manchon de mélange-maître avec les cylindres écartés de 1,4 mm | 2,0 | 12,0 |
| b) Ajouter le soufre lentement, en le répartissant uniformément sur le mélange maître | 2,0 | 14,0 |
| c) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon | 2,0 | 16,0 |
| d) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS | 3,0 | 19,0 |
| e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon | 2,0 | 11,0 |
| 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 | 2,0 | 13,0 |
| g) 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 % ou -1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. | | |
| h) Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre. | | |
| i) 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 conformément à l'ISO 37. | | |

6 Conditionnement des mélanges

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.

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
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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor ISO 4659:1997

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-3678594489f2/iso-4659-1997>

F_L , F_{max} à un temps défini, t_{s1} , $t'_c(50)$ et $t'_c(90)$

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}
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 contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés

Vulcaniser les plaques à 145 °C durant 25 min, 35 min et 50 min. On peut également vulcaniser les plaques 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 température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

Mesurer les caractéristiques de contrainte-déformation en traction conformément à l'ISO 37.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) formule d'essai normalisée utilisée;
- d) produits de référence utilisés;
- e) méthode utilisée pour la détermination de la teneur en matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- f) mention du passage sur outil à cylindres (le cas échéant) pour déterminer l'indice consistométrique Mooney;
- g) méthode de mélangeage utilisée en 5.2.2;
- h) température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 8;
- 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)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-367830448912/iso-4659-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4659:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6ce787b-ea10-4628-bb26-3678504489f2/iso-4659-1997>

ICS 83.060

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

Prix basé sur 5 pages
