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

Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR) — Evaluation procedure

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

[ISO 4658:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4658:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

© ISO 1999

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon.....	2
4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5 Confection du mélange pour l'évaluation des caoutchoucs NBR.....	2
6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre	6
7 Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés	7
8 Fidélité	7
9 Rapport d'essai	8
Bibliographie.....	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4658:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 4658 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 4658:1990), dont elle constitue une révision technique.

[ISO 4658:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

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

AVERTISSEMENT — Les personnes utilisant la présente Norme internationale doivent être familières des pratiques normales de laboratoire. La norme ne se préoccupe pas des aspects liés à la sécurité. Si son usage pose des problèmes, il est de la responsabilité de l'utilisateur de mettre en œuvre les mesures d'hygiène et de sécurité qui s'imposent et de garantir le respect des réglementations nationales s'il en existe.

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;

pour les caoutchoucs acrylonitrile-butadiène (NBR).

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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 — Détermination utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique.*

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

ISO 1795:—¹⁾, *Caoutchouc brut naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 1795:1992)

ISO 4658:1999(F)

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 6502:1999, *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres.*

ISO 8312:1999, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Acide stéarique — Définition et méthodes d'essai.*

ISO 8332:1997, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Soufre — Méthodes d'essai.*

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

ISO 9298:1995, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Oxyde de zinc — Méthodes d'essai.*

ISO 11235:1999, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs de type sulfénamide — Méthodes d'essai.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Un échantillon, 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

ISO 4658:1999

4.1 Consistance Mooney

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289-1 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 °C ± 5 °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 matériaux de référence nationaux ou internationaux. Si les matériaux de référence n'existent pas, les parties concernées devront se mettre d'accord sur les matériaux à utiliser.

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

Ingrédient	Nombre de parties en masse
NBR	100,00
Oxyde de zinc ^a	3,00
Soufre ^b	1,50
Acide stéarique ^c	1,00
Noir de carbone ^d	40,00
TBBS ^e	0,70
Total	146,20

^a Classe B1a (voir ISO 9298:1995, annexe D).
^b Voir ISO 8332.
^c Voir ISO 8312.
^d On doit utiliser le noir de référence IRB (Industry Reference Black) ou un autre produit national ou international de référence.
^e *N-tert*-butyl-2-benzothiazole-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 % conformément à l'ISO 11235. 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 produit doit être rejeté ou recristallisé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Appareillage et modes opératoires

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

Le mélange peut être préparé dans un mélangeur à cylindres ou dans un mélangeur interne miniature bien que les résultats obtenus puissent être différents.

5.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

5.2.2.1 Généralités

La masse, en grammes, du mélange mis en oeuvre 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 écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

Deux modes opératoires différents peuvent être utilisés.

5.2.2.2 Mode opératoire 1

Dans ce mode opératoire, on utilise du soufre recouvert de carbonate de magnésium et on maintient la température de la surface des cylindres à 50 °C ± 5 °C pendant le mélangeage.

ISO 4658:1999(F)

NOTE Un lot normalisé de soufre recouvert de carbonate de magnésium à 2 %, référence M 266573-P, peut être obtenu auprès de C.P. Hall and Co., 4460 Hudson Drive, Stow, Ohio 44224, 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. Récupérer et ajouter le produit tombé dans le bac	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 de ses extrémités	2,0
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999	
Durée totale	
	23,0 (max. 25,0)
j) Tirer en feuille d'environ 6 mm d'épaisseur. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de +0,5 %/–1,5 % 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'environ 2,2 mm d'épaisseur pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux selon l'ISO 37.	
l) Conditionner le mélange de 2 h à 24 h, après le mélange et avant la vulcanisation, si possible à la température et à l'humidité normales spécifiées dans l'ISO 471.	

5.2.2.3 Mode opératoire 2

5.2.2.3.1 Généralités

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

5.2.2.3.2 Préparation du mélange-maître au soufre

Pendant cette opération, la température de la surface des cylindres doit être maintenue à $80\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

	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	<u>7,0</u> (max. 9,0)
d) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Le laisser reposer de 0,5 h à 2,0 h, si possible à la température et à l'humidité normales spécifiées dans l'ISO 471.	

5.2.2.3.3 Opération de mélangeage

Pendant toute la durée du mélangeage, la température de la surface des cylindres doit être maintenue à $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

	Durée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, former 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 5.2.2.2 c) à l).
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/cist/b3122cc7-45d3-410d-91bd-d38ba403dadd/iso-4658-1999>

5.2.3 Mélangeage sur mélangeur interne miniature (MIM)

5.2.3.1 Mélanger en maintenant la température du mélangeur interne miniature à $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ et la vitesse du rotor entre 6,3 rad/s et 6,6 rad/s (60 tr/min à 63 tr/min).

5.2.3.2 Préparer le caoutchouc en le faisant passer une fois dans le mélangeur réglé à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et à un écartement donnant une feuille d'environ 5 mm d'épaisseur. Découper la feuille en bandes d'environ 25 mm de largeur.

5.2.3.3 Cycle de mélangeage

	Durée (min)
a) Charger les bandes de caoutchouc dans la chambre de mélangeage, abaisser le piston et déclencher le chronomètre	0
b) Laisser mastiquer le caoutchouc	1,0
c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le TBBS préalablement mélangés en prenant soin d'éviter les pertes. Ajouter alors le noir de carbone, nettoyer et rabaisser le piston	1,0
d) Laisser le mélange se faire en relevant le piston de temps en temps pour nettoyer si nécessaire	7,0
Durée totale	<u>9,0</u>