

---

---

**Caoutchouc isoprène (IR) — Types  
polymérisés en solution et non étendus à  
l'huile — Méthode d'évaluation**

*Rubber isoprene (IR) — Non-oil-extended, solution-polymerized types —  
Evaluation procedure*

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

[ISO 2303:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-  
76669434a907/iso-2303-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003)



**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 2303:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003>

© ISO 2003

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 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut</b> .....	<b>2</b>
4.1 <b>Indice consistométrique Mooney</b> .....	<b>2</b>
4.2 <b>Matières volatiles</b> .....	<b>2</b>
4.3 <b>Taux de cendres</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isoprène</b> .....	<b>2</b>
5.1 <b>Formule d'essai normalisée</b> .....	<b>2</b>
5.2 <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre</b> .....	<b>5</b>
6.1 <b>Évaluation à l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant</b> .....	<b>5</b>
6.2 <b>Évaluation à l'aide d'un rhéomètre sans rotor</b> .....	<b>6</b>
<b>7</b> <b>Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>6</b>
8.1 <b>Généralités</b> .....	<b>6</b>
8.2 <b>Renseignements concernant la fidélité</b> .....	<b>6</b>
8.3 <b>Résultats de la fidélité</b> .....	<b>7</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A (informative) Méthode alternative de mélangeage par mélangeur interne puis mélangeur à cylindres</b> .....	<b>9</b>

## 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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'ISO 2303 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 polymères*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2303:1990), qui fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 2303:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f6614111-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003)

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

# Caoutchouc isoprène (IR) — Types polymérisés en solution et non étendus à l'huile — Méthode d'évaluation

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale soient 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 spécifie, pour des caoutchoucs polyisoprènes (IR), polymérisés en solution, non étendus à l'huile:

- les méthodes d'essai physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients, la formule d'essai normalisée, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation.

Deux méthodes de mélangeage sur mélangeur à cylindres sont décrites dans la présente Norme internationale et une méthode alternative de mélangeage par mélangeur interne puis mélangeur à cylindres est décrite dans l'annexe A.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe661411-13e1-46e4-b798-76669434a907/iso-2303-2003>

## 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 — 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 1795:2000, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

## ISO 2303:2003(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 6472:—<sup>1)</sup>, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Abréviations*

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

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

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 laboratoire de masse de 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 Mooney conformément à l'ISO 289-1, sur une prise d'essai préparée comme indiqué dans l'ISO 1795 (sans homogénéisation préalable).

Noter le résultat comme 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 le taux de cendres conformément à l'ISO 247.

### 5 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isoprène

#### 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 et internationaux. Si aucun matériau de référence normalisé n'est disponible, les ingrédients utilisés devront faire l'objet d'un accord entre les parties concernées.

---

1) À publier. (Révision de l'ISO 6472:1994)

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

Ingrédient	Parties par masse
Caoutchouc isoprène (IR)	100,00
Acide stéarique	2,00
Oxyde de zinc	5,00
Soufre	2,25
Noir de référence (N330)	35,00
TBBS <sup>a</sup>	0,70
Total	144,95

<sup>a</sup> TBBS ou N-ter-benzothiazole-2-sulfénamide conformément à l'ISO 6472. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles 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. Si cette teneur dépasse 0,75 %, le produit sera mis au rebut. Le TBBS peut être purifié à l'aide d'un retraitement, la recristallisation par exemple; le procédé correspondant n'est pas du domaine de la présente Norme internationale.

## 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.

### 5.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

#### 5.2.2.1 Généralités

Deux méthodes de mélangeage sont spécifiées, la méthode A et la méthode B. La durée du cycle de mélangeage est plus courte dans la méthode B que pour la méthode A.

Ces deux méthodes ne conduisent pas forcément à des résultats identiques. Il est impératif d'utiliser la même méthode lors de comparaisons entre laboratoires ou lors d'essais en série.

Quelle que soit la méthode utilisée, la masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à quatre fois la masse correspondant à la formule. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à  $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  pendant le mélangeage.

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres spécifiés en 5.2.2.2 et 5.2.2.3 ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

5.2.2.2 Méthode A

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Les cylindres étant écartés de 0,5 mm, effectuer deux passages du caoutchouc sans former de manchon pendant environ 2 minutes et peser le caoutchouc.	2	2
b) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, former le manchon de caoutchouc. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2	4
NOTE Lorsque certains types de caoutchoucs isoprène passent sur le cylindre arrière, il convient d'ajouter l'acide stéarique; l'incorporation de cet ingrédient permet le retour du polymère sur le cylindre avant. De plus, certains types de caoutchoucs isoprène sont très durs et nécessitent un malaxage légèrement plus long avant d'ajouter les autres ingrédients, afin d'obtenir un manchon plus lisse.		
c) Régler l'écartement des cylindres à 1,7 mm. Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2	6
d) Ajouter l'oxyde de zinc et le soufre. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3	9
e) Ajouter régulièrement le noir de carbone, en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Lorsque la moitié environ du noir de carbone a été incorporée, régler l'écartement des cylindres à 1,9 mm. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, puis ajouter le reste du noir de carbone, y compris celui qui est tombé dans le bac. Lorsque tout le noir a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	13	22
f) Ajouter le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à 1,9 mm. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3	25
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.	3	28
<b>Durée totale</b>		<b>28</b>

- h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de  $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$  % 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.
- j) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après le mélangeage et avant vulcanisation, si possible à température et humidité normalisées, comme définies dans l'ISO 471.



## 5.2.2.3 Méthode B

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Les cylindres étant écartés de $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ , effectuer deux passages du caoutchouc sans former de manchon. Puis, tout en écartant progressivement les cylindres jusqu'à $1,4 \text{ mm}$ , former le manchon de caoutchouc.	2	2
b) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2	4
c) Ajouter le soufre et l'oxyde de zinc. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3	7
d) Ajouter la moitié du noir de carbone. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3	10
e) Ajouter le reste du noir de carbone, y compris celui qui est tombé dans le bac. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	5	15
f) Ajouter le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à $1,9 \text{ mm}$ . Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3	18
g) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ 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	20

## Durée totale

ISO 2303:2003

20

- h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de  $2,2 \text{ mm}$  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) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de  $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix} \%$  de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.
- j) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à température et humidité normalisées comme définies dans l'ISO 471.

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

**Avertissement — La vulcanisation peut produire des nitrosamines.**

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$M_L$ ,  $M_H$ ,  $t_{s1}$ ,  $t'_c(50)$  et  $t'_c(90)$ , conformément à l'ISO 3417, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation:  $1,7 \text{ Hz}$  (100 cycles par minute)
- amplitude d'oscillation:  $1^\circ \text{ arc}$
- sélectivité à  $M_H$ : à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale