

NORME
INTERNATIONALE

ISO
2476

Troisième édition
1988-10-15

AMENDEMENT 1
1993-01-15

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

AMENDEMENT 1

*Rubber, butadiene (BR) – Solution-polymerized types – Evaluation procedure
AMENDMENT 1*



Numéro de référence
ISO 2476:1988/Amd.1:1993 (F)

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.

L'Amendement 1 à la Norme internationale ISO 2476:1988 a été élaboré 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*.

L'annexe B du présent Amendement à l'ISO 2476 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. 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-211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

AMENDEMENT 1

Page 2

En 5.5.2, première ligne, remplacer «Trois méthodes» par «Quatre méthodes».

En 5.5.2, ligne 7, remplacer «Méthode C – Pour la préparation du mélange en utilisant le» par «Méthodes C1 et C2 – Pour la préparation du mélange en utilisant un».

Pages 3 et 4

Remplacer le texte de 5.2.2.3 par le texte suivant.

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

La mise en œuvre 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

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à trois fois la masse correspondant à la formule. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 35 °C ± 5 °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, ils doivent être légèrement modifiés.

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,3 mm, former le manchon de caoutchouc.....	1,0	1,0
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 l'huile [(omettre de la formule 2 pour le caoutchouc butadiène étendu à l'huile (OEBR)], goutte à goutte	8,0 à 10,0	26,0 à 31,0
e) Ajouter le soufre et le TBBS	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

Durée totale 32,0 à 37,0

h) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et déterminer la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre à disque oscillant.

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.

Parfois, il est plus facile et plus pratique de combiner les deux points 5.2.2.3.1 c) et 5.2.2.3.1 d), soit en mélangeant au préalable l'huile et le noir de carbone et en ajoutant ensuite le mélange de noir de carbone et d'huile directement au mélange, sur le mélangeur à cylindres, comme décrit en 5.2.2.3.1 c) et donc en omettant le point 5.2.2.3.1 d), soit en ajoutant le noir de carbone et l'huile, alternativement.

5.2.2.3.2 Méthode C2

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 35 °C ± 5 °C pendant toute la durée du mélangeage.

Ajouter les ingrédients lentement et en les répartissant uniformément sur toute la longueur des cylindres. Ne pas faire de coupes avant que les ingrédients n'aient été totalement incorporés.

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.

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 successivement 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

f) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à 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

Durée totale 35,0

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

h) Tirer 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.

Page 5

Insérer le nouvel article 9 suivant et renuméroter en conséquence l'article intitulé «Rapport d'essai».

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 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc – Détermination de la fidélité de*

Durée (min)	Temps cumulatif (min)
-------------	-----------------------

a) Les cylindres étant écartés de 0,45 mm ± 0,01 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
---	-----	-----

méthodes d'essai normalisées. S'y reporter pour les concepts de fidélité et pour la nomenclature. L'annexe B constitue un guide pour l'utilisation de la répétabilité et de la reproductibilité.

9.2 Détails sur la détermination de la fidélité

9.2.1 Un programme d'essais interlaboratoires (ITP) a été organisé en 1987. Des formules ont été choisies basées 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 C de l'ISO 2476:1988 (mélangeur à cylindres) 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'haltères. Cinq d'entre eux les ont aussi effectuées sur éprouvettes en forme d'anneaux. 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 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'anneaux.

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'essais, 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 nominalement

identiques et dans les mêmes conditions (mêmes opérateur, appareil, laboratoire et période de temps prescrite); en l'absence d'autres 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'essais, entre laboratoires, est supposée demeurer, avec une probabilité prescrite.

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

Les deux résultats d'essais sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essais nominalement 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 (méthode C).

Tableau 2 – Fidélité de type 2 pour les éprouvettes haltères

Mélange ou matériau	Valeur moyenne	Au sein d'un laboratoire		Entre laboratoires	
		r	(r)	R	(R)
1) Module (300 %), MPa					
Formule 1	10,9	1,37	12,6	2,61	23,8
Formule 2	13,0	1,66	12,8	2,90	22,3
2) Résistance à la rupture, MPa					
Formule 1	16,5	1,23	7,47	3,13	18,9
Formule 2	17,7	1,82	10,3	3,93	22,3
3) Allongement pour-cent					
Formule 1	367	35,1	9,55	76,6	20,8
Formule 2	424	57,8	13,6	127	29,9

Tableau 3 – Fidélité de type 2 pour les éprouvettes anneaux

Mélange ou matériau	Valeur moyenne	Au sein d'un laboratoire		Entre laboratoires	
		r	(r)	R	(R)
1) Module (300 %), MPa					
Formule 1	10,3	0,82	7,98	4,13	40,2
Formule 2	11,9	0,82	6,93	4,73	39,7
2) Résistance à la rupture, MPa					
Formule 1	14,4	0,98	6,81	3,03	21,1
Formule 2	15,8	1,40	8,88	4,36	27,6
3) Allongement pour-cent					
Formule 1	362	62,1	17,2	62,1	17,2
Formule 2	433	51,7	11,9	51,7	11,9

Ajouter l'annexe B suivante.

Annexe B (informative)

Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité

B.1 Le mode opératoire général pour l'utilisation des résultats de fidélité se présente comme suit, le symbole $|x_1 - x_2|$ désignant une différence positive entre deux valeurs quelconques de mesure (c'est-à-dire sans tenir compte du signe).

B.2 Choisir dans le tableau de fidélité approprié (quel que soit le paramètre d'essai considéré), une valeur moyenne (du paramètre mesuré) la plus proche de la moyenne de données «d'essais» en question. Cette ligne du tableau donnera les valeurs applicables de r , (r) , R et (R) à utiliser dans le processus de décision.

B.3 À l'aide de ces valeurs r et (r) , les énoncés de répétabilité généraux suivants peuvent servir à la prise de décisions.

B.3.1 Pour une différence absolue: «La différence $|x_1 - x_2|$ entre deux moyennes (valeurs) d'essais, trouvée sur des échantillons de matériaux nominale-ment identiques dans des conditions d'utilisation correctes et normales du mode opératoire, dépassera la répétabilité r donnée dans le tableau, en moyenne pas plus d'une fois sur 20».

B.3.2 Pour une différence de pourcentage entre deux moyennes (valeurs) d'essais: «La différence en pour-cent

$$\left[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2 \right] \times 100$$

entre deux moyennes (valeurs) d'essais, trouvée sur des échantillons de matériaux nominale-ment identiques

dans des conditions d'utilisation correctes et normales du mode opératoire, dépassera la répétabilité (r) donnée dans le tableau, en moyenne pas plus d'une fois sur 20».

B.4 À l'aide de ces valeurs R et (R) , les énoncés de reproductibilité générales suivantes peuvent servir à la prise de décisions.

B.4.1 Pour une différence absolue: «La différence $|x_1 - x_2|$ entre deux moyennes (valeurs) d'essais mesurées indépendamment, trouvée dans deux laboratoires utilisant des modes opératoires corrects et normaux et des échantillons de matériaux nominale-ment identiques, dépassera la reproductibilité R donnée dans le tableau, pas plus d'une fois sur 20».

B.4.2 Pour une différence de pourcentage entre deux moyennes (valeurs) d'essai: «La différence en pour-cent

$$\left[|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) / 2 \right] \times 100$$

entre deux moyennes (valeurs) d'essais, mesurées indépendamment, trouvée dans deux laboratoires utilisant des modes opératoires corrects et normaux et des échantillons de matériaux nominale-ment identiques, dépassera la reproductibilité (R) donnée dans le tableau, pas plus d'une fois sur 20».

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

[ISO 2476:1988/Amd 1](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c167cccd-14fb-4152-8da7-4f72631b2b3b/iso-2476-1988-amd-1>