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

*Styrene-butadiene rubber (carbon black or carbon black and oil
masterbatches) — Evaluation procedure*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4659:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>



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 4659:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>

© 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
Web www.iso.org

Publié 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 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène-styrène	2
6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre	5
7 Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés	6
8 Fidélité	6
9 Rapport d'essai	7
Bibliographie	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4659:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>

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 2.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document 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 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*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 4659:1997), dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4659:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>

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 ne prétend pas prendre en compte tous les problèmes de sécurité pouvant résulter de son utilisation. L'utilisateur a la responsabilité d'établir les pratiques opportunes concernant l'hygiène et la sécurité et de s'assurer qu'elles respectent toutes les conditions réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie

- 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 du noir de carbone et de l'huile.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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 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/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 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, la température de surface des cylindres du mélangeur doit être maintenue à $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, et consigner ce fait dans le rapport d'essai.

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

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.2 Matières volatiles

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>

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 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le Tableau 1.

Les ingrédients utilisés 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.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des mélanges-maîtres de caoutchoucs butadiène-styrène

Ingrédient	Parties par masse
Mélange-maître	$100 + x^a + y^b$
Oxyde de zinc	3,00
Soufre	1,75
Acide stéarique	1,50
TBBS ^c	1,25
Total	$107,50 + x + y$

^a x est le nombre de parties de noir de carbone pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître.

^b y est le nombre de parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître.

^c *N*-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfénamide (TBBS). Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles, déterminée selon 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 doivent être conformes à l'ISO 2393.

5.2.2 Méthode de mélangeage

5.2.2.1 Généralités

Deux modes opératoires possibles sont spécifiés:

- Méthode A: Mélangeage sur mélangeur à cylindres;
- Méthode B: Mélangeage sur mélangeur interne miniature (MIM).

5.2.2.2 Méthode A — Méthode de mélangeage sur mélangeur à cylindres

La valeur standard du facteur masse du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres 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 $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant toute la durée du mélangeage.

Un bourrelet convenable entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres spécifiés ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Former un manchon de mélange-maître avec les cylindres écartés de 1,4 mm.	2,0	2,0
b) Ajouter le soufre lentement, en le répartissant uniformément sur le mélange-maître.	2,0	4,0
c) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	6,0
d) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS.	3,0	9,0
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
Durée totale	13,0	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 $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$ % 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 d'essai ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux conformément à l'ISO 37.		
j) Conditionner le mélange de 2 h à 24 h après le mélangeage, si possible à température et humidité normalisées comme spécifié dans l'ISO 471.		

5.2.2.3 Méthode B — Méthode de mélangeage sur mélangeur interne miniature (MIM)

Procéder au mélangeage en maintenant la température de la tête 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 r/min à 63 r/min).

Préparer le mélange-maître en le faisant passer une fois dans un mélangeur à cylindres, à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, avec une ouverture qui produira une plaque de 5 mm d'épaisseur environ. Découper en bandes d'environ 25 mm de large.

	Durée (min)	Temps cumulé (min)
a) Introduire les bandes de mélange-maître dans la cuve de mélangeage, abaisser le piston et démarrer le chronomètre.		
b) Soumettre le mélange-maître à la mastication.	0,5	0,5
c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le TBBS préalablement mélangés. Nettoyer en enlevant la poudre autour du col du mélangeur, en veillant à éviter toute perte. Abaisser le piston.	0,5	1,0
d) Laisser travailler le mélange.	8,0	9,0
Durée totale	9,0	9,0

- e) Arrêter les rotors, lever le piston, ouvrir la cuve de mélangeage et décharger le mélange. S'il y a lieu, consigner la température maximale du mélange indiquée.
- f) Passer le mélange dans un mélangeur à cylindres maintenu à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, une fois en réglant l'ouverture du mélangeur à 0,5 mm, puis deux fois en réglant l'ouverture à 3 mm.
- g) Vérifier la masse du mélange et la consigner. Si la masse du mélange diffère de plus de $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$ % de la valeur théorique, rejeter le mélange.
- h) Conditionner le mélange de 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à température et à humidité normalisées comme spécifié dans l'ISO 471.

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre

ATTENTION — Des nitrosamines peuvent se former pendant la vulcanisation.

6.1 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
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb4eabe7-add5-49de-9eee-20df7737c19a/iso-4659-2003>

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

température de la matrice: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$

durée de chauffage précédant l'oscillation: nulle

6.2 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} , $t'_c(50)$ 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} .

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

température de la matrice: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$

durée de chauffage précédant l'oscillation: nulle