

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
4658

Première édition  
1999-12-01

AMENDEMENT 1  
2004-10-15

---

---

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

AMENDEMENT 1

*Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR) — Evaluation procedure*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4658:1999/Amd 1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>



Numéro de référence  
ISO 4658:1999/Amd.1:2004(F)

© ISO 2004

**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/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>

© ISO 2004

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)

Publié en Suisse

## 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.

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 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'Amendement 1 à l'ISO 4658:1999 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*.

[ISO 4658:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>

## Introduction

Le présent Amendement décrit un mode opératoire additionnel de préparation de formules d'essai normalisées du NBR. Le mode opératoire additionnel utilise un mélangeage interne suivi d'un mélangeage final sur mélangeur à cylindres. Le présent Amendement contient également des données relatives à la fidélité de ce type de mélangeage.

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

[ISO 4658:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>

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

## AMENDEMENT 1

### Page 1, Article 2

Mettre à jour les références normatives comme suit:

- Remplacer l'ISO 471:1995 par l'ISO 23529:2004, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*.
- Insérer l'année de publication de l'ISO 1795 (2000) et supprimer la note de bas de page.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### Page 3, paragraphe 5.2.1

Remplacer le second alinéa par le texte suivant:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>

Le mélange peut être préparé dans un mélangeur à cylindres, dans un mélangeur miniature ou en utilisant un mélangeage interne suivi d'un mélangeage final dans un mélangeur à cylindres, cependant des résultats légèrement différents peuvent être obtenus lorsqu'on utilise l'une ou l'autre méthode.

### Page 6, paragraphe 5.2.3.3

Au point j) de la liste, remplacer l'ISO 471 par l'ISO 23529.

### Page 6

Ajouter un nouveau paragraphe 5.2.4, comme suit:

#### **5.2.4 Mélangeage interne suivi d'un mélangeage final sur mélangeur à cylindres**

##### **5.2.4.1 Généralités**

La formule d'essai normalisée est donnée dans l'ISO 4658:1999, Tableau 1.

L'appareillage et le mode opératoire de préparation, mélangeage et vulcanisation du caoutchouc doivent être conformes à l'ISO 2393.

Si un mélangeur interne de type A<sub>1</sub>, type A<sub>2</sub> ou type B, comme spécifié dans l'ISO 2393:1994, est utilisé, la masse du mélange de laboratoire normalisé doit être 7 fois la masse correspondant à la formule. Si un autre

type de mélangeage interne est utilisé, le facteur de multiplication doit être établi par accord entre les parties contractantes.

**5.2.4.2 Mélangeage interne**

Mélanger en maintenant la température du mélangeur interne à 50 °C ± 5 °C. Ajuster si nécessaire la vitesse du rotor afin de maintenir une température constante.

- a) Charger les bandes de caoutchouc dans la cuve de mélangeage, abaisser le piston et enclencher le chronomètre.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
b) Mastiquer le caoutchouc.	1,0	1,0
c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le noir de carbone préalablement mélangés, en prenant soin d'éviter les pertes. Abaisser le piston.	2,0	3,0
d) Relever le piston, nettoyer son orifice et son capuchon, puis le rabaisser.	0,5	3,5
e) Mélanger les divers composants.	1,5	5,0

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

	Durée totale	Durée cumulée
f) Couper le mélange et noter la température de mélange maximale si nécessaire.	5,0	5,0
g) Faire passer une fois le mélange, à une température de 50 °C ± 5 °C, dans un mélangeur de laboratoire dont l'écartement entre les cylindres est de 1,9 mm. Couper le mélange.		
h) Régler l'écartement entre les cylindres à 3,0 mm et faire passer le mélange une fois entre les cylindres. Couper le mélange du mélangeur.		
i) Déterminer la masse du mélange et la noter. Si celle-ci s'écarte de la valeur théorique de -1,5 % à + 0,5 %, jeter ce mélange.		

**5.2.4.3 Conditionnement du mélange**

Après le mélangeage, conditionner le mélange pendant une durée comprise entre 2 h et 24 h, si possible aux conditions de température et d'humidité définies dans l'ISO 23529.

**5.2.4.4 Mélangeage sur mélangeur à cylindres**

- a) Utiliser la masse totale du mélange conditionnée définie en 5.2.4.3.
- b) Régler la température du mélangeur à 50 °C ± 5 °C et l'écartement entre les cylindres à 1,9 mm.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
c) Étaler le mélange sur le cylindre. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.	2,0	2,0
d) Ajouter lentement le soufre et le TBBS en les répartissant uniformément sur le mélange.	0,5	2,5
e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté.	3,0	5,5
f) Couper le mélange et le retirer du mélangeur. Régler l'écartement entre les cylindres à 0,8 mm et faire passer le mélange 6 fois en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre de ses bouts.	2,0	7,5
	<b>Durée totale</b>	<b>7,5</b>
g) Régler l'écartement entre les cylindres à 3,0 mm, et faire passer le mélange une fois entre les cylindres. Couper le mélange du mélangeur.		
h) Déterminer la masse du mélange et la noter. Si celle-ci s'écarte de la valeur théorique de -1,5 % à + 0,5 %, jeter le mélange.		
i) Régler la température du mélangeur à 50 °C ± 5 °C et l'écartement entre les cylindres à 1,5 mm.		
j) Tirer en feuille de 2,0 mm d'épaisseur pour préparer des plaques à soumettre à essai.		

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4658:1999/Amd 1:2004  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>

#### 5.2.4.5 Conditionnement du mélange

Après le mélangeage et avant la vulcanisation, conditionner le mélange pendant une durée comprise entre 2 h et 24 h, si possible aux température et humidité telles que définies dans l'ISO 23529.

Page 8

Ajouter un nouveau paragraphe 8.4 comme suit:

### 8.4 Fidélité pour le mélangeage interne suivi d'un mélangeage final sur mélangeur à cylindres

#### 8.4.1 Généralités

Les calculs de fidélité exprimant la répétabilité et la reproductibilité ont été effectués conformément à l'ISO/TR 9272.

#### 8.4.2 Détails relatifs à la fidélité

Une fidélité de type 2 (interlaboratoire) a été déterminée pour différentes caractéristiques de vulcanisation. Un produit (caoutchouc NBR) a été utilisé pour le programme interlaboratoire. Il a été soumis à essai trois jours différents dans six laboratoires.

8.4.3 Résultats relatifs à la fidélité

8.4.3.1 Généralités

Les résultats des calculs de fidélité relatifs à la répétabilité et à la reproductibilité sont donnés dans le Tableau 3.

Les symboles utilisés dans le Tableau 3 sont définis comme suit:

$r$  = répétabilité, en unités de mesure. Il s'agit de la valeur en dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essais au sein d'un même laboratoire est supposée demeurer avec une probabilité spécifiée.

$(r)$  = répétabilité, en pourcent (valeur relative).

Les résultats sont obtenus avec la même méthode sur des produits d'essai nominalement identiques dans les mêmes conditions (même opérateur, appareillage et laboratoire) sur une période de temps spécifiée; sauf indication contraire, la probabilité est de 95 %.

$R$  = reproductibilité, en unités de mesure. Il s'agit de la valeur en dessous de laquelle la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essai entre des laboratoires différents est supposée demeurer avec une probabilité spécifiée.

$(R)$  = reproductibilité, en pourcent (relative).

Les résultats sont obtenus avec la même méthode sur des produits d'essai nominalement identiques dans des conditions différentes (opérateurs, appareillages et laboratoires différents) sur une période de temps spécifiée; sauf indication contraire, la probabilité est de 95 %.

$s_r$  = écart-type de répétabilité, en unités de mesure.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20a392ce14f7/iso-4658-1999-amd-1-2004>

$s_R$  = écart-type de reproductibilité, en unités de mesure.

8.4.3.2 Résultats

Tableau 3 — Fidélité de type 2 pour différents paramètres d'essai

Caractéristiques	Unités	Moyenne des valeurs ( $\Delta$ )	Intralaboratoires			Interlaboratoires		
			$s_r$	$r$	$(r)$	$s_R$	$R$	$(R)$
$M_L$	dN·m	8,34	0,18	0,49	5,92	0,82	2,31	27,7
$M_H$	dN·m	35,88	0,81	2,25	6,28	1,92	5,36	15,0
$t_{s1}$	min	3,58	0,11	0,29	8,23	0,39	1,11	30,9
$t'_c(50)$	min	5,19	0,13	0,37	7,05	0,51	1,43	27,6
$t'_c(90)$	min	13,44	0,49	1,38	10,26	1,14	3,20	23,8

NOTE 1 Les rhéomètres utilisés étaient du type à disque oscillant (conditions d'essai: 160 °C; 1,7 Hz; 1° d'amplitude d'arc).

NOTE 2 Le point médian de la plage de valeurs obtenue a été utilisé pour les calculs de  $(r)$  et  $(R)$ .

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

[ISO 4658:1999/Amd 1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1289d77-7baf-4935-995b-20c392ce1df2/iso-4658-1999-amd-1-2004>