



# PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 4658

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: **AFNOR**

Début de vote:  
**2010-02-05**

Vote clos le:  
**2010-07-05**

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

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

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

(Révision de la troisième édition de l'ISO 4658:1999 et de l'ISO 4658:1999/Amd.1:2004)

ICS 83.060

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

ISO/DIS 4658

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

**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/DIS 4658](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfae2796-b058-40b7-894d-ece3d204e1e6/iso-dis-4658)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfae2796-b058-40b7-894d-ece3d204e1e6/iso-dis-4658>

**Notice de droit d'auteur**

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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)

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

## Sommaire

	Page
Avant-propos .....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	2
4 <b>Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut</b> .....	2
4.1 <b>Consistance Mooney</b> .....	2
4.2 <b>Matières volatiles</b> .....	2
4.3 <b>Cendre</b> .....	2
5 <b>Préparation du mélange d'essai pour évaluation</b> .....	2
5.1 <b>Formule d'essai normalisée</b> .....	2
5.2 <b>Mode opératoire</b> .....	2
5.2.1 <b>Appareillage et mode opératoire</b> .....	2
5.2.2 <b>Mélangeage sur mélangeur à cylindres</b> .....	3
5.2.3 <b>Mélangeage sur mélangeur interne miniature (MIM)</b> .....	5
5.2.4 <b>Mélangeage interne suivi d'un mélangeage final sur mélangeur à cylindres</b> .....	6
6 <b>Évaluation des caractéristiques de vulcanisation avec l'essai au rhéomètre</b> .....	8
6.1 <b>Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant</b> .....	8
6.2 <b>Utilisation d'un rhéomètre sans rotor</b> .....	8
7 <b>Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	8
8 <b>Rapport d'essai</b> .....	9
<b>Annexe A (informative) Données de fidélité</b> .....	10
A.1 <b>Résultats de fidélité issus de l'ASTM D 3187:1990</b> .....	10
A.1.1 <b>Généralités</b> .....	10
A.1.2 <b>Détails relatifs à la fidélité</b> .....	10
A.1.3 <b>Résultats de fidélité</b> .....	10
A.2 <b>Fidélité pour le mode opératoire utilisant un mélangeage interne suivi d'un mélangeage par mélangeur à cylindre</b> .....	11
A.2.1 <b>Généralités</b> .....	11
A.2.2 <b>Détails relatifs à la fidélité</b> .....	11
A.2.3 <b>Résultats de fidélité</b> .....	11
<b>Bibliographie</b> .....	13

## 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'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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 4658:1999), dans laquelle les modifications techniques suivantes ont été faites :

- l'ISO 4658:1999/Amd1:2004 a été incorporé dans la norme <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfae2796-b058-40b7-894d-63e3d204e1e6/iso-dis-4658>
- les références normatives ont été mises à jour ;
- les données de fidélité (Article 8) ont été déplacées dans une Annexe informative A.

# Caoutchouc acrylonitrile-butadiène (NBR) — 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 acrylonitrile-butadiène (NBRs) :

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

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

## 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, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 247:2006, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*

ISO 248, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles*

ISO 289-1, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

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

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

ISO 3417, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant*

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

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

### 3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Prélever un échantillon de masse d'environ 1,5 kg par la méthode décrite dans l'ISO 1795.

3.2 Préparer la prise d'essai conformément à l'ISO 1795.

### 4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

#### 4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289-1, sur une prise d'essai préparée comme indiqué au 3.2. Enregistrer le résultat comme ML(1+4) à 100 °C.

#### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles en utilisant de préférence la méthode du mélangeur chaud spécifiée 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 Cendre

Déterminer les cendres conformément à l'ISO 247.

### 5 Préparation du mélange d'essai pour évaluation

#### 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, lorsqu'aucun matériaux de référence n'est disponible, les matériaux à utiliser doivent faire l'objet d'un accord entre parties concernées.

#### 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 doivent être conformes à l'ISO 2393.

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.

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

Ingrédient	Parties en masse
NBR	100,00
Oxyde de zinc <sup>a</sup>	3,00
Soufre <sup>b</sup>	1,50
Acide stéarique <sup>c</sup>	1,00
Noir de carbone <sup>d</sup>	40,00
TBBS <sup>e</sup>	0,70
<b>Total</b>	<b>146,20</b>

<sup>a</sup> Classe B1a (voir ISO 9298:1995, Annexe D).  
<sup>b</sup> Voir ISO 8332.  
<sup>c</sup> Voir ISO 8312.  
<sup>d</sup> Le noir de référence IRB courant (Industry Reference Black), ou un matériau de référence normalisé national ou international équivalent, doit être utilisé.  
<sup>e</sup> 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 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.

## 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.

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 peuvent être légèrement modifiés.

Deux modes opératoires différents de mélangeage sur mélangeur à cylindres sont spécifiés.

### 5.2.2.2 Mode opératoire 1

Dans ce mode opératoire, du soufre recouvert de carbonate de magnésium doit être utilisé et la température de la surface des cylindres doit être maintenues à  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  pendant le mélangeage.

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 Co., 4460 Hudson Drive, Stow, Ohio 44224, USA.

	<b>Durée</b> (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
<b>Durée totale</b>	
	23,0 (max. 25,0)
j) Tirer en feuille d'environ 6 mm d'épaisseur et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange 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 d'essai, ou de l'épaisseur appropriée pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux selon l'ISO 37.	
l) Conditionner le mélange de 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à la température et à l'humidité normales spécifiées dans l'ISO 23529.	

iTeh STANDARD PREVIEW

(standard in draft)

ISO/DIS 4658

<http://standards.iso.org/iso/standards/catalogue.html>

**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 °C ± 5 °C.

	<b>Durée</b> (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
<b>Durée totale</b>	<hr/> 7,0 (max. 9,0)
d) Couper le mélange, le retirer du cylindre et le laisser reposer, si possible à la température et à l'humidité normales spécifiées dans l'ISO 23529, pendant de 0,5 h à 2,0 h.	

### 5.2.2.3.3 Mode opératoire de mélangeage

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

	<b>Durée</b> (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 5.2.2.2 points c) à f).	

### 5.2.3 Mélangeage sur mélangeur interne miniature (MIM)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfae2796-b058-40b7-894d-3e2024d16646/iso-4658>

**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 à 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

	<b>Durée</b> (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 l'ouverture 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
<b>Durée totale</b>	<hr/> 9,0