
**Caoutchouc butadiène (BR) — Types
polymérisés en solution — Méthodes
d'évaluation**

*Butadiene rubber (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation
procedures*

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 2476:2014](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 2476:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Échantillonnage et modes opératoires de préparation complémentaires	1
4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
4.1 Indice consistométrique Mooney	2
4.2 Matières volatiles	2
4.3 Taux de cendres.....	2
5 Préparation des mélanges d'essais pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène	2
5.1 Formules d'essai normalisées.....	2
5.2 Mode opératoire	3
6 Conditionnement des mélanges	9
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation	9
7.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant.....	9
7.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor	9
8 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation des mélanges d'essai vulcanisés	9
9 Fidélité	10
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Fidélité	11
Bibliographie	17

ISO 2476:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est 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 sixième édition annule et remplace la cinquième édition (ISO 2476:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique avec les modifications suivantes:

- le [5.2.2.1](#) stipule que le mode opératoire avec mélangeur interne de laboratoire est la méthode préférentielle.

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Méthodes d'évaluation

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie:

- les essais physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, les formules d'essai normalisées, l'appareillage, et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs butadiène (BR) polymérisés en solution, y compris les types étendus à l'huile (OEBR), et des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges vulcanisés.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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:—, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*

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 modes opératoires de préparation complémentaires

3.1 Prélever un échantillon pour laboratoire d'environ 1,5 kg selon la méthode décrite dans l'ISO 1795.

3.2 Préparer les échantillons d'essai 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 un échantillon d'essai préparé comme indiqué dans l'ISO 1795 (de préférence sans passage sur mélangeur à cylindres). Si un passage sur mélangeur à cylindres est nécessaire, maintenir la température de surface des cylindres du mélangeur à $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Enregistrer le résultat en tant que 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'essais pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène

5.1 Formules d'essai normalisées

Deux formules d'essai normalisées sont données dans le [Tableau 1](#). Les ingrédients utilisés doivent être des ingrédients de référence normalisés au niveau national ou international (ou, si aucun ingrédient de référence normalisé n'est disponible, faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées).

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées

Ingrédient	Parties en masse	
	Non étendu à l'huile	Étendu à l'huile
Caoutchouc butadiène	100,00	100,00 + Y ^a
Oxyde de zinc	3,00	3,00
IRB ^b	60,00	0,6 × (100 + Y)
Acide stéarique	2,00	2,00
Huile ASTM 103 ^c	15,00	—
Soufre	1,50	1,50
TBBS ^d	0,90	0,009 × (100 + Y)
Total	182,40	167,40 + 1,609Y
Masse volumique calculée, g/cm ³	1,11	—

^a Y = nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties de polymère de base dans le caoutchouc étendu à l'huile.

^b Utiliser le noir de référence industriel courant. Sécher l'ingrédient pendant 1 h à $125\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ et conserver dans un récipient hermétiquement clos.

^c Cette huile, de masse volumique $0,92\text{ g/cm}^3$, est un exemple de produit approprié disponible commercialement. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. D'autres huiles peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats légèrement différents.

^d N-tert-butylbenzothiazole-2-sulfénamide. Cet ingrédient est fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles déterminée conformément à l'ISO 11235, inférieure à 0,3 %. 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. Si l'on constate que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Généralités

L'appareillage et le mode opératoire pour la préparation, le mélangeage, et la vulcanisation doivent être conformes à l'ISO 2393.

5.2.2 Modes opératoires de mélangeage

5.2.2.1 Généralités

Cinq modes opératoires de mélangeage sont spécifiés, un mode opératoire utilisant un mélangeur interne de laboratoire est préférentiel.

- méthode A1: mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire;
- méthode A2: mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage initial et le mélangeage final;
- méthode B: mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage initial et d'un mélangeur à cylindres pour le mélangeage final.

Les mélangeurs internes de laboratoire plus petits ne donnent pas suffisamment de mélange pour le mélangeage final au mélangeur à cylindres car une masse de mélange égale à trois fois la masse de la formule est requise. Dans ce cas, il convient d'utiliser le mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage final. La température du mélangeur ou la masse du mélange peuvent être ajustées, de manière que la température finale du mélange déchargé ne dépasse pas 120 °C.

- méthodes C1 et C2: mélangeage sur mélangeur à cylindres.

NOTE 1 Ces modes opératoires peuvent donner des résultats différents.

NOTE 2 Le mélangeage sur mélangeur à cylindres des caoutchoucs butadiène polymérisés en solution sur mélangeur à cylindres est plus difficile que celui des autres caoutchoucs, et l'utilisation d'un mélangeur interne permet d'obtenir de meilleurs résultats. Avec certaines qualités de caoutchouc butadiène, il n'est pas possible d'obtenir des mélanges satisfaisants en utilisant un mélangeur à cylindres.

5.2.2.2 Méthode A1 — Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire

Pour des mélangeurs internes de laboratoire ayant des capacités nominales comprises entre 65 cm³ et 2 000 cm³ environ, la masse de mélange doit être égale à la capacité nominale du mélangeur, en centimètres cubes, multipliée par la masse volumique du mélange. Pour chaque mélange, les conditions du mélangeur interne de laboratoire doivent rester identiques pendant la préparation d'une série de mélanges identiques. Au début de chaque série de mélanges d'essai, un mélange de conditionnement de la machine doit être obtenu en utilisant la même formule que pour les mélanges soumis à essai. Il faut laisser le mélangeur interne de laboratoire refroidir jusqu'à une température spécifiée (60 °C est une température qui s'est révélée appropriée) entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. Les conditions de contrôle de la température ne doivent pas être altérées au cours du mélangeage d'une série de mélanges d'essai.

La technique de mélangeage doit permettre d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients.

La température du mélange déchargé à l'issue du mélangeage ne doit pas dépasser 120 °C. Si nécessaire, ajuster la température de la masse du mélange ou la température de démarrage du mélangeur de façon à respecter cette condition.

NOTE 1 Les conditions de mélangeage données dans le [Tableau A.7](#) pour diverses tailles de mélangeur interne de laboratoire peuvent être utiles.

Pour un mélangeur interne de laboratoire, un mode opératoire général de mélangeage est comme suit:

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Introduire le caoutchouc dans la chambre. Abaisser le piston.	—	—
b) Laisser le mélange se faire.	1,0	1,0
c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, l'huile, l'acide stéarique, et la moitié du noir de carbone. Puis nettoyer l'orifice d'entrée et abaisser le piston.	1,0	2,0
d) Relever le piston et ajouter le TBBS, le soufre, et le reste du noir de carbone. Puis nettoyer l'orifice d'entrée et abaisser le piston.	1,0	3,0
e) Laisser le mélange se faire.	6,0	9,0
f) Arrêter le moteur, relever le piston, enlever ou ouvrir la chambre, et décharger le mélange. Noter la température maximale du mélange.		

Avec certains types de mélangeur, il peut être nécessaire de faire tourner les rotors afin de décharger le mélange.

Immédiatement après l'avoir déchargé, faire passer le mélange une fois entre les cylindres d'un mélangeur externe, écartés de 0,5 mm et réglés à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, puis deux fois à un écartement de 3,0 mm.

Déterminer la masse du mélange et la noter. Si celle-ci diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange.

Le cas échéant, préparer une éprouvette pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation conformément à l'ISO 3417 ou à l'ISO 6502. Avant la détermination, conditionner l'éprouvette pendant 2 h à 24 h, si possible à la température et à l'humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.

Le cas échéant, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques ou d'une épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes en forme d'anneau, conformément à l'ISO 37. Pour obtenir l'effet directionnel dû aux cylindres, faire passer dans la même direction le mélange préalablement plié quatre fois entre les cylindres d'un mélangeur externe réglés à un écartement compris entre 2,1 mm et 2,5 mm et à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

5.2.2.3 Méthode A2 — Mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire utilisé à la fois pour le mélangeage initial et pour le mélangeage final

5.2.2.3.1 Etape 1 — Mélangeage initial

Voir [5.2.2.2](#).

La température finale du mélange ne doit pas être supérieure à 170 °C. Si nécessaire, ajuster la température de la masse du mélange ou la température de démarrage du mélangeur de façon à respecter cette condition.

NOTE Un mode opératoire général de mélangeage avec un mélangeur de laboratoire est comme suit:

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température à $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et la vitesse du rotor et la pression du piston du mélangeur interne de laboratoire de sorte que le mélange soit déchargé dans les conditions données en e) ci-dessous. Fermer la porte de déchargement, démarrer le rotor, et lever le piston.	—	—
b) Charger la moitié du caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile (sauf dans le cas de BR étendu à l'huile), l'acide stéarique, et le reste du caoutchouc. Abaisser le piston.	0,5	0,5
c) Laisser le mélange se faire.	3,0	3,5
d) Relever le piston et nettoyer l'orifice d'entrée et le sommet du piston. Abaisser le piston.	0,5	4,0
e) Décharger le mélange à une température de 170 °C ou après une durée totale de 6 min, selon le premier évènement se produisant.	2,0	6,0

Immédiatement après l'avoir déchargé, faire passer le mélange trois fois entre les cylindres d'un mélangeur interne de laboratoire, écartés de 5,0 mm et réglés à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Vérifier la masse du mélange conformément à l'ISO 2393. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.

5.2.2.3.2 Etape 2 — Mélangeage final

La technique de mélangeage doit permettre d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients.

La température finale du mélange ne doit pas être supérieure à 120 °C . Si nécessaire, ajuster la température de la masse du mélange ou la température de démarrage du mélangeur de façon à respecter cette condition.

NOTE Un mode opératoire de mélangeage final avec un mélangeur de laboratoire est comme suit.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Refroidir le mélangeur interne à une température de $40\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, avec la circulation d'eau grande ouverte à travers les rotors. Mettre le moteur en marche et relever le piston.	—	—
b) Maintenir le circuit d'eau de refroidissement ouvert et le circuit de vapeur fermé. Dans la moitié du mélange-maître, répartir tout le soufre et le TBBS, le rouler et l'introduire dans le mélangeur. Ajouter le reste du mélange-maître. Abaisser le piston.	0,5	0,5
c) Laisser le mélange se faire soit jusqu'à atteindre une température de 110 °C soit après une durée de 3 min, selon le premier évènement se produisant.	2,5	3,0

Immédiatement après l'avoir déchargé, faire passer le mélange entre les cylindres d'un mélangeur interne de laboratoire, écartés de 0,8 mm et réglés à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

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.

Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ. Vérifier la masse du mélange conformément à l'ISO 2393. Si la masse du mélange diffère de plus de + 0,5 % ou - 1,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.

Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques d'essai, ou d'une autre épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes en forme d'anneau conformément à l'ISO 37.

5.2.2.4 Méthode B — Mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage initial et d'un mélangeur à cylindre pour le mélangeage final

5.2.2.4.1 Etape 1 — Mélangeage initial

Procéder conformément au [5.2.2.3.1](#).

5.2.2.4.2 Etape 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange normalisé de laboratoire doit être égale à quatre fois la masse correspondant à celle de la formule.

Un bourrelet convenable de caoutchouc à l'écartement des cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si les réglages de l'écartement des cylindres spécifié ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, les modifier légèrement.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler et maintenir les cylindres à une température de 35 °C ± 5 °C et à un écartement de 1,5 mm. Manchonner le mélange-maître sur le cylindre avant.	1,0	1,0
b) Ajouter lentement le soufre et le TBBS. Ramasser et ajouter le matériau qui est tombé dans le bac.	1,0	2,0
c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	1,5	3,5
d) 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.	1,5	5,0
e) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ. Vérifier la masse du mélange conformément à l'ISO 2393. Si la masse du mélange diffère de plus de +0,5 % ou -1,5 %, de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.		
f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques, ou d'une autre épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes en forme d'anneau, conformément à l'ISO 37.		

5.2.2.5 Méthodes C1 et C2 — Mode opératoire de mélangeage sur mélangeur à cylindres

5.2.2.5.1 Généralités

La mise en œuvre sur mélangeurs à cylindres des caoutchoucs butadiène polymérisés en solution est délicate. Les méthodes A1, A2 et B, qui donnent une meilleure dispersion des ingrédients, sont préférées.