

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1658

Deuxième édition
1994-02-15

**Caoutchouc naturel (NR) — Méthode
d'évaluation**

iTeh STANDARD PREVIEW
Natural rubber (NR) — Evaluation procedure
(standards.iteh.ai)

ISO 1658:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994>



Numéro de référence
ISO 1658:1994(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.

La Norme internationale ISO 1658 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*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1658:1973), et son Amendement 1:1976.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1994

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Caoutchouc naturel (NR) — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les essais physiques et chimiques sur caoutchoucs naturels crus; et
- les matériaux de référence, formules de référence, matériel et méthodes de mise en œuvre pour mesurer les caractéristiques de vulcanisation du caoutchouc naturel (NR).

ISO 471:1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

ISO 2007:1991, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la plasticité — Méthode au plastomètre rapide.*

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 37:—¹⁾, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte/déformation en traction.*

ISO 248:1991, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 289:1985, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney.*

ISO 2393:—²⁾, *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 6502:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Un échantillon pour laboratoire d'une masse d'environ 1,5 kg doit être prélevé conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 1795.

3.2 La préparation des prises d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1795.

1) À publier. (Révision de l'ISO 37:1977)

2) À publier. (Révision de l'ISO 2393:1973)

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Viscosité Mooney

Déterminer la viscosité Mooney conformément à l'ISO 289, sur une prise d'essai préparée conformément à 3.2. Noter le résultat sous la forme $ML(1 + 4)$ à 100 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à la méthode à l'étuve prescrite dans l'ISO 248 sur une prise d'essai préparée conformément à 3.2.

5 Confection du mélange d'essai

Trois formules sont conseillées:

- a) deux formules «pure gomme» pour les essais comparatifs des caractéristiques de vulcanisation du caoutchouc naturel en utilisation dans les formules sans noir;

- b) une formule avec noir de carbone pour les essais comparatifs sur le caoutchouc naturel en utilisation dans les formules avec noir.

NOTE 1 La formule avec noir de carbone peut être utilisée également pour les essais comparatifs sur les caoutchoucs isoprène (IR).

5.1 Formules de référence

Les formules de référence sont données dans le tableau 1.

Les ingrédients doivent être des matériaux de référence nationaux ou internationaux.

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. Il faut maintenir la température de surface des cylindres de l'outil à $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ lors du mélangeage. Le caoutchouc doit être homogénéisé conformément à l'ISO 1795.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 1658:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994>

Tableau 1 — Formules de référence

Ingrédient	Nombre de parties en masse		
	Formule 1 ACS 1	Formule 2 TBBS	Formule 3 au noir
Caoutchouc naturel	100,00	100,00	100,00
Oxyde de zinc	6,00	6,00	5,00
Soufre	3,50	3,50	2,25
Acide stéarique	0,50	0,50	2,00
Noir de carbone (HAF) IRB	—	—	35,00
MBT ¹⁾	0,50	—	—
TBBS ²⁾	—	0,70	0,70
Total	110,50	110,70	144,95

1) 2-Mercaptobenzothiazole.

2) *N*-tert-butyl-2-benzothiazole-sulfénamide. Ce matériau doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur en matière insoluble dans l'éther ou l'éthanol inférieure à 0,3 % (*m/m*). Le matériau doit être conservé à température ambiante dans un récipient fermé et le niveau de matière insoluble dans l'éther ou l'éthanol doit être vérifié tous les 6 mois. Si cette teneur dépasse 0,75 % (*m/m*), le matériau doit être recristallisé ou mis au rebut.

5.2.2 Mode opératoire de mélangeage pour les formules 1 et 2 (composés gommés)

	Durée (min)
a) Passer la gomme deux fois entre les cylindres de l'outil sans manchonner, serrage réglé à 0,2 mm.	—
b) Manchonner la gomme, serrage réglé à 1,4 mm. Lorsqu'on obtient un manchon lisse, régler le serrage à 1,8 mm.	4
c) Ajouter l'oxyde de zinc, l'acide stéarique, le soufre et le MBT ou le TBBS.	4
d) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté.	3
e) Évacuer le mélange de l'outil. Régler le serrage de l'outil à 0,8 mm et passer perpendiculairement le mélange roulé en long six fois entre les cylindres.	2

Durée totale 13

- f) Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393) Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, le mettre au rebut et recommencer le mélangeage.
- g) Prélever suffisamment de mélange pour effectuer les essais au rhéomètre et, éventuellement, pour déterminer la viscosité Mooney du mélange non vulcanisé conformément à l'ISO 289. Calandrer le mélange en une feuille de 2,2 mm pour préparer les éprouvettes ou de l'épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneaux.
- h) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

5.2.3 Mode opératoire de mélangeage pour les formules 1 et 2 (composés gommés) utilisant des mélanges maîtres

Les ingrédients comme les accélérateurs, le soufre, ou les charges peuvent être incorporés dans les mélanges sous forme de mélanges maîtres. Cette technique non seulement améliore la justesse de

l'incorporation des ingrédients mais elle est aussi plus commode.

Le mode opératoire de préparation des mélanges maîtres et des mélanges de référence pour les mélanges pure gomme est donné dans l'annexe A.

5.2.4 Mode opératoire de mélangeage pour la formule 3 (composé chargé de noir)

Engager la gomme sur l'outil avec le serrage de l'outil à 0,5 mm. Mastiquer jusqu'à obtention d'un manchon lisse et d'un bourrelet tournant.

Après la mastication, déterminer l'indice de plasticité rapide conformément à l'ISO 2007. L'indice de plasticité rapide ne doit pas dépasser 45, ce qui équivaut à une viscosité, déterminée conformément à l'ISO 289, d'à peu près 70 unités Mooney.

Durée
(min)

a) Manchonner la gomme sur l'outil, serrage réglé à 1,4 mm.	1
b) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	1
c) Ajouter l'oxyde de zinc et le soufre. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	2
d) Ajouter le noir de carbone régulièrement et uniformément le long de l'outil. Après avoir ajouté la moitié du noir, régler le serrage à 1,9 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. Ensuite, ajouter le reste du noir de carbone. Après avoir incorporé tout le noir, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. S'assurer d'ajouter tout le noir qui sera tombé dans le bac de l'outil.	10
e) Ajouter le TBBS. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté.	3
f) Évacuer le mélange de l'outil. Régler le serrage de l'outil à 0,8 mm et passer perpendiculairement le mélange roulé six fois entre les cylindres.	3

Durée totale 20

- g) Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, le mettre au rebut et recommencer le mélangeage.
- h) Prélever suffisamment de mélange pour effectuer les essais au rhéomètre et, éventuellement, pour déterminer la viscosité Mooney du mélange non vulcanisé, conformément à l'ISO 289. Calandrer le mélange en une feuille de 2,2 mm pour préparer les éprouvettes ou de l'épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneaux.
- i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$M_L, M_{HR}, t_{s1}, t'_c(50) \text{ et } t'_c(90)$$

conformément à l'ISO 3417 ou ISO 6502, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute)
- amplitude d'oscillation: 1° d'arc (3° d'arc en option)
- selectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_{HR}
- température de la matrice: 160 °C ± 0,3 °C
- durée de chauffage précédant l'oscillation: nulle

7 Évaluation des caractéristiques de contrainte/déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés

Vulcaniser les feuilles à 140 °C durant 20 min, 30 min, 40 min et 60 min. Conditionner les feuilles vulcanisées 16 h à 96 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

Mesurer les caractéristiques de contrainte/déformation en traction conformément à l'ISO 37.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) formule de référence utilisée;
- d) matériaux de référence utilisés;
- e) méthode employée pour déterminer la teneur en matières volatiles;
- f) essai au rhéomètre utilisé dans l'article 6 (ISO 3417 ou ISO 6502);
- g) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- h) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives, par exemple: utilisation des mélanges maîtres;
- i) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- j) date de l'essai.

Annexe A (normative)

Mode opératoire de préparation des mélanges de gomme à partir de mélanges maîtres

A.1 Formulation du mélange maître

La gomme utilisée pour la préparation des mélanges doit être d'une qualité semblable à celle soumise à évaluation. Les proportions massiques des ingrédients utilisés sont données dans le tableau A.1.

Tableau A.1 — Formulation des mélanges maîtres

Mélange maître	MBT	Soufre	TBBS
Ingrédient	Nombre de parties en masse		
Gomme naturelle	100	100	100
Oxyde de zinc	10	10	10
Acide stéarique	10	10	10
MBT	20	—	—
TBBS	—	—	28
Soufre	—	140	—
Total	250	370	258

A.2 Formulation du mélange d'essai

La formulation des mélanges d'essai est donnée dans le tableau A.2.

Tableau A.2 — Formulation des mélanges d'essai

Ingrédient	Nombre de parties en masse	
	ACS 1	TBBS
Gomme d'essai	95,00	95,00
Mélange maître MBT	6,25	—
Mélange maître TBBS	—	6,45
Mélange maître soufre	9,25	9,25
Total	110,50	110,70

A.3 Préparation des mélanges maîtres par mélangeage sur outil à cylindres

Les cylindres de l'outil sont refroidis par circulation d'eau pendant le mélangeage.

a) Engager la gomme sur l'outil avec le serrage de l'outil à 0,6 mm et mastiquer.

b) Ajouter l'oxyde de zinc, l'acide stéarique et le MBT ou le TBBS ou le soufre. Desserrer progressivement les cylindres afin de maintenir un bourrelet tournant. Quand environ 80 % des matériaux sont incorporés (serrage à environ 1,0 mm), faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.

c) Incorporer le reste des ingrédients, et dès que toute trace de poudre a disparu, faire des coupes aux 3/4 de chaque côté jusqu'à ce que la dispersion soit uniforme.

d) Couper le mélange maître, l'évacuer de l'outil et vérifier sa masse.

e) Refroidir les cylindres à $27\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ par circulation d'eau à température ambiante.

f) Rapprocher les cylindres de l'outil jusqu'à l'obtention d'un étroit bourrelet et passer au fin le mélange maître trois fois entre les cylindres, la gomme étant mise en boule entre chaque passe.

Durée
(min)

1

2

5

Durée totale

8

g) Calandrer le mélange maître en une feuille en le passant entre les cylindres de l'outil, le serrage étant réglé à 1,4 mm.

h) Stocker les mélanges maîtres dans des récipients étanches à température ambiante ($23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$). La durée de stockage ne devrait, de préférence, pas dépasser 3 mois.

A.4 Préparation du mélange d'essai

La température de surface des cylindres de l'outil doit être maintenue à $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant le mélangeage.

a) Engager la gomme sur l'outil avec le serrage de l'outil à 0,8 mm. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté.

Durée
(min)

0,75

b) Ajouter les mélanges maîtres MBT ou TBBS et soufre. Faire six coupes aux 3/4 de chaque côté.

Durée
(min)

2,00

c) Couper le mélange, l'évacuer de l'outil et le passer deux fois entre les cylindres dans le sens longitudinal après l'avoir enroulé entre chaque passe.

0,25

Durée totale 3,00

d) Calandrer le mélange en une feuille en le passant entre les cylindres de l'outil, le serrage étant réglé à 1,4 mm.

e) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1658:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1658:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337df329-50a6-4717-96db-720ceb923255/iso-1658-1994>