

---

---

**Caoutchouc isobutène-isoprène  
(IIR) — Méthode d'évaluation**

*Isobutene-isoprene rubber (IIR) — Evaluation procedure*

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

[ISO 2302:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>



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

[ISO 2302:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>



**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](mailto:copyright@iso.org)

Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

|   |           |
|---|-----------|
| Avant-propos.....   | iv        |
| <b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>2</b> <b>Références normatives</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>3</b> <b>Échantillonnage et méthodes de préparation complémentaires</b> .....  | <b>2</b>  |
| <b>4</b> <b>Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut</b> .....  | <b>2</b>  |
| 4.1    Indice consistométrique Mooney .....   | 2         |
| 4.2    Matières volatiles.....  | 2         |
| 4.3    Cendres.....   | 2         |
| <b>5</b> <b>Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isobutène-isoprène</b> .....                 | <b>2</b>  |
| 5.1    Formule d'essai normalisée.....  | 2         |
| 5.2    Mode opératoire .....  | 3         |
| 5.2.1    Appareillage et mode opératoire .....  | 3         |
| 5.2.2    Modes opératoires de mélangeage.....   | 3         |
| <b>6</b> <b>Evaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre</b> .....                            | <b>7</b>  |
| 6.1    A l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant .....   | 7         |
| 6.2    A l'aide d'un rhéomètre sans rotor .....   | 8         |
| <b>7</b> <b>Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés</b> ..... | <b>8</b>  |
| <b>8</b> <b>Données de fidélité</b> .....   | <b>8</b>  |
| <b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....   | <b>8</b>  |
| <b>Annexe A (informative) Fidélité</b> .....  | <b>10</b> |
| <b>Bibliographie</b> .....  | <b>12</b> |

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 2302:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>

## 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](http://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](http://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](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 2302:2005), dont elle constitue une révision technique avec les modifications suivantes:

- L'[Article 2](#) a été mis à jour.
- Au [4.2](#), la méthode donnée dans l'ISO 248-2 est maintenant permise.
- Le [5.2.2.1](#), stipule que le mode opératoire avec mélangeur interne de laboratoire est la méthode préférentielle. La méthode B devient "Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire".
- Au [5.2.2.2](#), le mode opératoire optionnel utilisant une masse de mélange de deux fois la masse de la formule a été supprimé.
- Au [5.2.2.3](#), des conseils sur le mélangeage avec différentes tailles de mélangeur interne de laboratoire sont donnés ainsi qu'un mode opératoire de mélangeage général.
- A l'[Annexe A](#), les données de fidélité issues de l'ASTM D3188-00 ont été utilisées.

# Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR) — Méthode 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 méthodes d'essais physiques et chimiques des caoutchoucs bruts et
- les ingrédients normalisés, une formule d'essai normalisée, l'appareillage, et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation de tous les types de caoutchoucs isobutène-isoprène (IIR).

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité 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 248-1, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*

ISO 248-2, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 2: Méthodes thermogravimétriques utilisant un analyseur automatique avec une unité de séchage infrarouge*

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

ISO 1795:2007, *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 méthodes de préparation complémentaires

- 3.1 Le prélèvement de l'échantillon à partir du lot doit être en conformité avec l'ISO 1795.
- 3.2 Prélever un échantillon de laboratoire d'environ 1,5 kg selon la méthode décrite dans l'ISO 1795.
- 3.3 Préparer les échantillons d'essai conformément à l'ISO 1795.

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

#### 4.1 Indice consistométrique Mooney

Préparer un échantillon d'essai conformément à la méthode préférentielle de l'ISO 1795, c'est-à-dire sans passage sur mélangeur à cylindres, en découpant directement l'échantillon d'essai dans l'échantillon de laboratoire. L'échantillon d'essai ne doit pas, autant que possible contenir de bulles d'air et de poches qui pourraient emprisonner l'air entre le rotor et la surface de la matrice.

En cas d'accord entre les parties concernées ou si le conditionnement de l'échantillon (par exemple porosité excessive) nécessite un mélangeage, il doit être réalisé conformément à l'ISO 1795:2007, 7.3.2.2, alinéas 1 et 2.

Déterminer l'indice consistométrique Mooney conformément à l'ISO 289-1 sur cette prise d'essai, comme ML(1+8) à 125 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles selon la méthode par mélangeage à chaud ou la méthode par étuvage spécifiées dans l'ISO 248-1 ou par la méthode spécifiée dans l'ISO 248-2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>

#### 4.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A ou à la méthode B de l'ISO 247.

### 5 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isobutène-isoprène

#### 5.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le [Tableau 1](#). Les ingrédients utilisés doivent être des ingrédients de référence normalisés au niveau national ou international. Si aucun ingrédient de référence normalisé n'est disponible, les ingrédients à utiliser doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

**Tableau 1 — Formule d'essai normalisée**

| Ingrédient   | Parties en masse |
|--|------------------|
| Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR)  | 100,00           |
| Acide stéarique <sup>a</sup>   | 1,00             |
| Noir de référence industriel <sup>b</sup>  | 50,00            |
| Oxyde de zinc <sup>a</sup>   | 3,00             |
| <sup>a</sup> Des ingrédients en poudre sont utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie). |                  |
| <sup>b</sup> Le noir de référence industriel actuel doit être utilisé.   |                  |

Tableau 1 (suite)

| Ingrédient   | Parties en masse |
|--|------------------|
| Soufre <sup>a</sup>  | 1,75             |
| Disulfure de tétraméthylthiurame (TMTD) <sup>a</sup>   | 1,00             |
| Total  | 156,75           |
| <sup>a</sup> Des ingrédients en poudre sont utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie). |                  |
| <sup>b</sup> Le noir de référence industriel actuel doit être utilisé.   |                  |

## 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 en conformité avec l'ISO 2393.

### 5.2.2 Modes opératoires de mélangeage

#### 5.2.2.1 Généralités

Trois modes opératoires de mélangeage possibles sont spécifiés, mais conformément à l'ISO 2393, le mode opératoire avec mélangeur interne de laboratoire est la méthode préférentielle.

- méthode A: mélangeage au mélangeur à cylindres;
- méthode B: mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire (le mode opératoire préférentiel);
- méthode C: 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.

NOTE Ces modes opératoires peuvent ne pas donner de résultats identiques.

#### 5.2.2.2 Méthode A — Mélangeage au mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à quatre fois la masse de la formule (c'est-à-dire  $4 \times 156,75 \text{ g} = 627 \text{ g}$ ). La température de surface des cylindres doit être maintenue à  $45 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$  pendant le mélangeage.

Un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si cela n'est pas obtenu avec les réglages d'écartement des cylindres spécifiés ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires.

|   | Durée<br>(min) | Durée<br>cumulée<br>(min) |
|---|----------------|---------------------------|
| a) Former le manchon de caoutchouc, les cylindres étant écartés de 0,65 mm. | 1,0            | 1,0                       |

- |  |      |      |
|--|------|------|
| b) Mélanger le noir de carbone et l'acide stéarique, puis les ajouter régulièrement en les répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Ecarter progressivement les cylindre pour maintenir un bourrelet constant. Lorsque tout le noir de carbone a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. | 10,0 | 11,0 |
| Ne pas découper le mélange tant que de la poudre est visible dans le bourrelet ou à la surface du cylindre. S'assurer de remettre dans le mélange tout ingrédient tombé du mélangeur à cylindre.   |      |      |
| c) Ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, et le TMTD.   | 3,0  | 14,0 |
| d) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.   | 2,0  | 16,0 |
| e) 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 ou l'autre des bouts, alternativement.  | 2,0  | 18,0 |
| f) Tirer le mélange en feuille à une épaisseur d'environ 6 mm et vérifier le poids du mélange (voir l'ISO 2393). Si le poids du mélange diffère de la valeur théorique de plus de $\pm 0,5\%$ , éliminer le mélange et en refaire un autre.  |      |      |
| g) Retirer suffisamment de matériau pour l'essai au rhéomètre.   |      |      |
| h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 2,2 mm pour la préparation de plaques d'essai ou d'une épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneau ou d'haltères conformément à l'ISO 37.  |      |      |
| i) Après mélangeage, conditionner le mélange pendant au moins 2 h, mais pas plus de 24 h, si possible à température et humidité normales de laboratoire comme définies dans l'ISO 23529.   |      |      |

**5.2.2.3 Méthode B — Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire**

Pour les mélangeurs internes de laboratoire ayant des capacités nominales de mélangeage comprises entre 65 cm<sup>3</sup> et 2 000 cm<sup>3</sup> environ, la masse de mélange doit être égale à la capacité nominale du mélangeur, en centimètres cubes, multipliée par la masse volumique du mélange de caoutchouc. 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. Le mélangeur interne de laboratoire doit pouvoir refroidir à 60 °C entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. Le contrôle de la température ne doit pas être altéré 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, régler la température de la masse du mélange ou celle de démarrage du mélangeur de façon à respecter cette condition.

Dans le mode opératoire suivant, les ingrédients de mélangeage autres que le caoutchouc et le noir de carbone, peuvent être introduits dans les mélanges obtenus au mélangeur interne de laboratoire de façon plus précise et plus facilement s'ils sont préalablement mélangés dans les proportions requises par la formule. De tels mélanges peuvent être réalisés en utilisant l'un des moyens suivants:

- un mortier et un pilon;
- un mélangeur biconique (mélangeage pendant 10 min avec une barre rotative);



- un mixeur (mélangeage pendant cinq périodes de 3 s chacune, en raclant les parois interne du mixeur pour en déloger les morceaux de matériaux qui restent collés après chaque période de 3 s) (un mixeur de type “Waring” a été trouvé approprié pour cette méthode).

**AVERTISSEMENT — Si les périodes de mélangeage sont plus longues que 3 s, l'acide stéarique peut fondre, empêchant ainsi une bonne dispersion.**

Un mode opératoire général de mélangeage pour un mélangeur interne de laboratoire est comme suit:

|   | Durée<br>(min) | Durée<br>cumulée<br>(min) |
|---|----------------|---------------------------|
| a) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston et laisser se faire la mastication du caoutchouc.   | 0,5            | 0,5                       |
| b) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique, et le TMTD, en prenant soin d'éviter toute perte. Puis introduire le noir de carbone. Nettoyer l'orifice d'entrée et abaisser le piston.   | 1,0            | 1,5                       |
| c) Laisser le mélange se faire.   | 2,0            | 3,5                       |
| d) Relever le piston, nettoyer l'orifice d'entrée et le haut du piston, et abaisser le piston.  | 0,5            | 4,0                       |
| e) Laisser le mélange se faire.   | 1,0            | 5,0                       |
| f) Décharger le mélange et vérifier immédiatement la température avec un dispositif de mesure approprié.  |                |                           |
| g) La température finale du mélange déchargé après la durée cumulée de 5 min ne doit pas être supérieure à 120 °C. Si ce n'est pas le cas, éliminer le mélange et répéter le mode opératoire avec une masse de mélange différente ou une température de démarrage différente.   |                |                           |
| h) Faire passer deux fois le mélange entre les cylindres écartés de 3,0 mm et réglés à 50 °C ± 5 °C.  |                |                           |
| i) Vérifier le poids du mélange (voir l'ISO 2393) et l'enregistrer. S'il diffère de la valeur théorique de plus de $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$ %, éliminer le mélange et en refaire un autre.  |                |                           |
| j) Le cas échéant, découper une éprouvette pour la détermination des caractéristique de vulcanisation conformément à l'ISO 3417 ou à l'ISO 6502. Avant la détermination, conditionner l'éprouvette pendant 2 h à 24 h à 23 °C ± 3 °C.   |                |                           |
| k) Le cas échéant, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 2,2 mm pour la préparation de plaques d'essai, ou d'une épaisseur adaptée à la préparation d'éprouvettes en forme d'anneau ou d'haltères conformément l'ISO 37. Pour obtenir l'effet directionnel dû aux cylindres, faire passer le mélange préalablement plié quatre fois entre les cylindres d'un mélangeur réglés à une température de 50 °C ± 5 °C et à l'écartement approprié. Laisser la feuille refroidir sur une surface plane et sèche. |                |                           |
| l) Après mélangeage et avant vulcanisation, conditionner le mélange pendant au moins 2 h mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.   |                |                           |

Pour les mélangeurs internes de laboratoire miniatures ayant une capacité nominale de mélangeage de 65 cm<sup>3</sup>, une masse de mélange correspondant à 0,47 fois la masse de la formule (c'est-à-dire 0,47 × 156,75 = 73,67 g) a été trouvée appropriée.