

---

---

**Caoutchouc butadiène-styrène  
(mélanges-maîtres avec du noir de  
carbone ou avec du noir de carbone et  
de l'huile) — Méthode d'évaluation**

*Styrene-butadiene rubber (carbon black or carbon black and oil  
masterbatches) — Evaluation procedure*

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

[ISO 4659:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014>



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

[ISO 4659:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014>



**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</b> .....	<b>2</b>
5.1    Formule d'essai normalisée.....	2
5.2    Mode opératoire.....	2
5.2.1    Appareillage et mode opératoire.....	2
5.2.2    Modes opératoires de mélangeage.....	2
<b>6</b> <b>Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre</b> .....	<b>5</b>
6.1    À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant.....	5
6.2    À l'aide d'un rhéomètre sans rotor.....	6
<b>7</b> <b>Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés</b> .....	<b>6</b>
<b>8</b> <b>Données de fidélité</b> .....	<b>6</b>
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>Annexe A (informative) Fidélité</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>10</b>

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014>

## 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](http://www.iso.org/standards/information).

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 4659:2003), dont elle constitue une révision technique avec les modifications suivantes:

- L'[Article 2](#) a été mis à jour.
- En [4.2](#), la méthode donnée dans l'ISO 248-2 est maintenant permise.
- En [5.2.2.1](#), il est stipulé 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".
- En [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.

# Caoutchouc butadiène-styrène (mélanges-maîtres avec du noir de carbone ou avec du noir de carbone et de l'huile) — 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 ce qui suit:

- les méthodes d'essais physiques et chimiques des caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, une formule d'essai normalisée, l'appareillage, et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des mélanges-maîtres de caoutchouc butadiène-styrène avec du noir de carbone ou avec du noir de carbone et de l'huile.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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, *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 11235, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs de type sulfénamide — Méthodes d'essai*

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.

Si une homogénéisation est estimée nécessaire, utiliser un mélangeur dont la température de surface des cylindres est maintenue à  $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , et consigner ce fait dans le rapport d'essai.

Déterminer l'indice consistométrique Mooney conformément à l'ISO 289-1. Enregistrer le résultat comme ML(1 + 4) à 100 °C.

#### 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.

#### 4.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à l'ISO 247.

### 5 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation

#### 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.

#### 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

Deux modes opératoires de mélangeage possibles sont spécifiés, mais conformément à l'ISO 2393, le mode opératoire avec mélangeur interne de laboratoire est préférentiel:

- Méthode A: Mélangeage au mélangeur à cylindres;

- Méthode B: Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire — méthode préférentielle.

**Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des mélanges-maîtres de caoutchoucs butadiène-styrène**

Ingrédient	Parties en masse
Mélanges-maîtres	$100 + x^a + y^b$
Oxyde de zinc	3,00
Soufre	1,75
Acide stéarique	1,50
TBBS <sup>c</sup>	1,25
<b>Total</b>	<b><math>107,50 + x + y</math></b>
<sup>a</sup> $x$ est le nombre de parties de noir de carbone pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître. <sup>b</sup> $y$ est le nombre de parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc dans le mélange-maître. <sup>c</sup> <i>N</i> -tert-butyl-benzothiazole-2-sulfénamide. Ce produit doit être 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. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le TBBS doit être rejeté ou recristallisé.	

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

La valeur standard du facteur masse du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres doit être choisie à 0,5 près, en vue d'obtenir la valeur de la masse la plus grande possible sans toutefois dépasser 525 g. La température de surface des cylindres doit être maintenue à  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  pendant toute la durée du 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 (min)	Durée cumulée (min)
a) Former le manchon de mélange-maître, les cylindres étant écartés de 1,4 mm.	2,0	2,0
b) Ajouter le soufre lentement, en le répartissant uniformément sur le mélange-maître.	2,0	4,0
c) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	6,0
d) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS.	3,0	9,0
e) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	11,0
f) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement des cylindres 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.	2,0	13,0
	<b>Durée totale</b>	<b>13,0</b>
		<b>13,0</b>

- g) Tirer le mélange en feuille à une épaisseur d'environ 6 mm et vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de  $\pm 0,5\%$ , éliminer le mélange et en refaire un autre.
- h) Retirer suffisamment de matériau pour l'essai au rhéomètre.
- i) 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.
- j) Conditionner le mélange reposer pendant 2 h à 24 h après mélangeage, 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 mélange-maître, peuvent être introduits dans les mélanges 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.**

NOTE Ce qui suit est un mode opératoire général de mélangeage pour un mélangeur interne de laboratoire:

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Introduire le mélange-maître dans la cuve de mélangeage, abaisser le piston et démarrer le chronomètre.		
b) Soumettre le mélange-maître à la mastication.	0,5	0,5



- |  |            |            |
|--|------------|------------|
| c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le TBBS préalablement mélangés. Nettoyer en enlevant la poudre autour du col du mélangeur, en veillant à éviter toute perte. Abaisser le piston | 0,5        | 1,0        |
| d) Laisser le mélange se faire.  | 5,0        | 6,0        |
|  | -----      | -----      |
| <b>Durée totale</b>  | <b>6,0</b> | <b>6,0</b> |
- e) Arrêter les rotors, lever le piston, ouvrir la cuve de mélangeage et décharger le mélange. S'il y a lieu, consigner la température maximale du mélange indiquée.
- f) Passer le mélange dans un mélangeur de laboratoire à cylindres maintenu à une température de  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , une fois en réglant l'ouverture du mélangeur à 0,5 mm, puis deux fois en réglant l'ouverture à 3 mm.
- g) Vérifier la masse du mélange et la consigner. Si la masse du mélange diffère de plus de  $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$  % de la valeur théorique, rejeter le mélange.
- h) Laisser le mélangeur reposer pendant 2 h à 24 h après mélangeage, si possible à température et humidité normales de laboratoire comme défini dans l'ISO 23529.

Pour les mélangeurs internes de laboratoire ayant une capacité nominale de mélangeage de  $65\text{ cm}^3$ , une masse de mélange correspondant à 0,47 fois la masse de la formule (c'est-à-dire  $0,47 \times 156,75 = 73,67\text{ g}$ ) a été trouvée appropriée.

Préparer le mélange-maître en le faisant passer une fois dans le mélangeur de laboratoire avec la température des cylindres réglée à  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  et avec un écartement qui donnera une plaque d'environ 0,5 mm d'épaisseur. Découper la plaque en bandes d'environ 25 mm de large.

Procéder au mélangeage en maintenant la température de la tête du mélangeur interne miniature à  $60\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  et la vitesse du rotor entre 6,3 rad/s et 6,6 rad/s (60 r/min à 63 r/min).

Pour les mélangeurs internes de laboratoire miniatures ayant une capacité nominale de mélangeage de  $1\,170\text{ cm}^3 \pm 40\text{ cm}^3$ , une masse de mélange correspondant à  $(8,5 \times 156,75\text{ g} = 1\,332\text{ g})$  a été trouvée appropriée.

La vitesse du rotor rapide doit être réglée entre 7 rad/s et 8 rad/s (67 rpm à 87 rpm).

## 6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre

**AVERTISSEMENT — Des nitrosamines peuvent se former pendant la vulcanisation.**

### 6.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$M_L, M_H \text{ à un temps défini, } t_{s1}, t'_c(50), \text{ et } t'_c(90)$$

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

- fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute);
- amplitude d'oscillation: 1° d'arc;
- sélectivité: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à  $M_H$ ;

NOTE Avec certains caoutchoucs, 75 % peut ne pas être atteint.