
**Caoutchoucs isobutène-isoprène
halogénés (BIIR et CIIR) — Méthodes
d'évaluation**

*Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR) —
Evaluation procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7663:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7663:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014>



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 méthodes de préparation complémentaires	2
4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
4.1 Indice consistométrique Mooney	2
4.2 Matières volatiles.....	2
4.3 Cendres.....	2
5 Préparation des mélanges d'essai	2
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
6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre	5
6.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant	5
6.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor	6
7 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés	6
8 Données de fidélité	6
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité	8
Bibliographie	10

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 7663:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014>

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](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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 7663:2005), 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.

Caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés (BIIR et CIIR) — 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 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 caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés (BIIR et CIIR).

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, sans passage sur mélangeur à cylindres, conformément à la méthode préférentielle de l'ISO 1795.

Si une homogénéisation est estimée nécessaire, soit en raison de la condition de l'échantillon de laboratoire (par exemple porosité excessive) ou par accord entre les parties intéressées, elle doit être réalisée 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 une éprouvette découpée dans un échantillon d'essai qui ne doit pas, si possible, contenir de bulles d'air et de poches qui pourraient emprisonner l'air entre le rotor et la surface de la matrice.

L'indice consistométrique doit être déterminé comme ML(1+8) à 125 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles selon la méthode par mélangeage à chaud spécifiée 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 la Méthode A ou la Méthode B de l'ISO 247.

5 Préparation des mélanges d'essai

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, faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés (BIIR ou CIIR)	100,00
Acide stéarique ^{a, b}	1,00
Noir industriel de référence ^c	40,00
Oxyde de zinc ^{a, d}	5,00
Total	146,00
<p>^a Utiliser des ingrédients en poudre.</p> <p>^b L'ingrédient de référence normalisé pour l'acide stéarique est spécifié dans l'ISO 8312. Utiliser la classe A.</p> <p>^c Utiliser le noir industriel de référence courant.</p> <p>^d L'ingrédient de référence normalisé pour oxyde de zinc est spécifié dans l'ISO 9298. Utiliser le procédé indirect (français).</p>	

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.

NOTE Les modes opératoires ci-dessus peuvent ne pas donner des 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 correspondant à la formule, c'est-à-dire $4 \times 146,00 \text{ g} (= 584 \text{ g})$. La température de surface des cylindres doit être maintenue à $40 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ pendant toute la durée du mélangeage.

La vulcanisation caoutchoucs isobutène-isoprène halogénés avec l'oxyde de zinc est très sensible à l'humidité. Une attention particulière doit donc être apportée au conditionnement du noir de carbone.

Conditionner le noir de carbone pendant 1 h à $125 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$. L'épaisseur de la couche de noir de carbone ne doit pas dépasser 10 mm. Stocker le noir de carbone conditionné dans un récipient étanche.

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.

Mélanger l'acide stéarique et le noir de carbone dans un récipient adéquat avant de commencer le mélangeage.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Former le manchon de caoutchouc sur le cylindre lent avec un écartement réglé à 1,4 mm.	1,0	1,0
b) Ajouter le mélange d'acide stéarique et de noir de carbone en le répartissant uniformément sur toute la longueur du cylindre. Remettre dans le mélangeur tous les ingrédients qui sont tombés dans le bac.	9,5	10,5
c) Lorsque tout le mélange d'acide stéarique et de noir de carbone a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon. Ne pas faire de coupe avant que tout le noir visible n'ait été incorporé.	0,5	11,0
d) Ajouter l'oxyde de zinc.	3,0	14,0
e) Lorsque tout l'oxyde de zinc a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	16,0
f) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à 0,8 mm et faire passer six fois le mélange entre les cylindres en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts, alternativement.	2,0	18,0
g) Tirer le mélange en feuille à une épaisseur d'environ 6 mm. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 %/-1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.		
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 conformément à l'ISO 37.		
i) Conditionner le mélangeur pendant 2 h à 24 h avant vulcanisation et essais au rhéomètre 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 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 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.

Conditionner le noir de carbone comme décrit en 5.2.2.2.

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

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Introduire en premier l'acide stéarique, l'oxyde de zinc et le noir de carbone, puis les 3/4 du caoutchouc, abaisser le piston et démarrer le chronomètre.	0,0	0,0
b) Laisser le mélange se faire, relever le piston pour nettoyer, si nécessaire. Ajouter le reste du caoutchouc.	1,5	1,5
c) Laisser le mélange se faire.	3,5	5,0
d) Arrêter les rotors, lever le piston, ouvrir la cuve de mélangeage et décharger le mélange. Enregistrer la température maximale du mélange.		

La température finale du mélange, après 5 min, ne doit pas dépasser 120 °C. Si nécessaire, ajuster la masse du mélange ou la température de la tête de façon à ce que cette condition soit respectée.

e) Faire passer immédiatement le mélange deux fois entre les cylindres écartés de 3,0 mm et réglés à 40 °C ± 5 °C ou comprimer le mélange entre deux plaques d'acier inoxydable avec une force de 100 kN pendant 5 s à 30 °C ± 5 °C.

f) Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de +0,5 %/-1,5 %, rejeter le mélange et en refaire un autre.

g) Conditionner le mélange pendant 2 h à 24 h à température et humidité normales de laboratoire comme définies dans l'ISO 23529. Découper une éprouvette pour l'essai au rhéomètre conformément au [6.1](#) ou au [6.2](#).

h) Si nécessaire, 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 conformément à l'ISO 37. Conditionner le mélange conformément à g) ci-dessus.

Pour les mélangeurs internes de laboratoire ayant une capacité nominale de mélangeage de 65 cm³, une masse de mélange correspondant à 0,48 fois la masse de la formule, c'est-à-dire 0,48 × 146,00 (= 70,08 g) a été trouvée appropriée.

Préparer le caoutchouc en le faisant passer une fois dans le mélangeur de laboratoire avec la température des cylindres réglée à 50 °C ± 5 °C et avec un écartement de 0,5 mm. Découper la plaque en bandes de 20 mm de large.

Procéder au mélangeage en maintenant la température de la tête à 60 °C ± 3 °C et la vitesse du rotor non chargé entre 6,3 rad/s et 6,6 rad/s (60 rpm à 63 rpm).

Pour les mélangeurs internes de laboratoire ayant une capacité nominale de mélangeage de 1170 cm³ ± 40 cm³, une masse de mélange correspondant à (8,5 × 156,75 g = 1 332 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

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

$$M_L, M_H, t_{sL}, t'_c(50), \text{ et } t'_c(90)$$

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

— fréquence d'oscillation: 1,7 Hz (100 cycles par minute)