
Norme internationale



2302

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR) — Méthodes d'évaluation

Rubber, isobutene-isoprene (IIR) — Evaluation procedures

Troisième édition — 1985-05-15

CDU 678.5/.8 : 547.315.2

Réf. n° : ISO 2302-1985 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc synthétique, caoutchouc isobutène-isoprène, essai, essai de vulcanisation.

Prix basé sur 3 pages

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2302 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition, ISO 2302-1978, dont elle constitue une révision mineure.

Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR) — Méthodes d'évaluation

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie

- a) les méthodes d'essais physiques et chimiques applicables au polymère brut;
- b) les ingrédients, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des différents types de caoutchoucs isobutène-isoprène (IIR).

2 Références

ISO 37, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*

ISO 247, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

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

ISO 289, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney.*¹⁾

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.*

ISO 1796, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

ISO 2058, *Butadiène-styrène brut (SBR) — Détermination des matières volatiles.*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO 3417, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Un échantillon de 1 500 g environ doit être prélevé conformément à l'ISO 1795.

3.2 Si nécessaire, la préparation de l'échantillon doit être effectuée conformément à l'ISO 1796.

NOTE — La préparation de l'échantillon n'est pas nécessaire pour la plupart des types de caoutchoucs isobutène-isoprène.

4 Essais physiques et chimiques sur le polymère brut

4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney sur une partie de l'échantillon prélevé, conformément à l'ISO 289.

Puisque la consistance Mooney des caoutchoucs isobutène-isoprène de masse moléculaire élevée n'est pas linéaire, il est nécessaire d'utiliser plusieurs températures d'essai pour les polymères à haute et basse consistance Mooney. Pour les polymères à basse consistance Mooney (c'est-à-dire inférieure à 60 dans les conditions prescrites), la consistance doit être déterminée à $ML\ 1 + 8$ à 100 °C. Pour les polymères à haute consistance Mooney, celle-ci sera déterminée à $ML\ 1 + 8$ à 125 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer les matières volatiles suivant la méthode utilisant le mélangeur chaud, spécifiée dans l'ISO 2058, ou suivant la méthode au four, spécifiée dans l'ISO 248.

4.3 Taux de cendres

Déterminer le taux de cendres, suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 247.

¹⁾ Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 289-1963.)

5 Formule d'essai pour l'évaluation des caractéristiques de vulcanisation

Durée (min)

5.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau ci-après.

Les ingrédients utilisés dans les mélanges doivent être des produits de référence NBS¹⁾, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau ci-après, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux.

Ingrédient	Produit de référence NBS N° de référence	Parties en masse
Caoutchouc isoprène-isoprène (IIR)	—	100,00
Acide stéarique	372	1,00
Noir de four (type HAF)*	378	50,00
Oxyde de zinc	370	3,00
Soufre	371	1,75
TMTD**	374	1,00
	Total	156,75

* Le noir de référence IRB (Industry Reference Black) peut être utilisé à la place du NBS 378, mais il peut donner des résultats légèrement différents.

** Disulfure de tétraméthylthiurame.

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 du caoutchouc doivent être conformes à l'ISO 2393.

5.2.2 Mélangeage sur 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 (soit $4 \times 156,75 \text{ g} = 627 \text{ g}$). La température de la surface des cylindres doit être maintenue à $45 \pm 5 \text{ °C}$ pendant le mélangeage.

NOTE — Les écartements des cylindres doivent être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres.

5.2.2.1 Les cylindres étant écartés de 0,65 mm, former le manchon de caoutchouc. 1

5.2.2.2 Mélanger auparavant le noir de carbone et l'acide stéarique, puis les ajouter régulièrement en les répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Écarter progressivement les cylindres pour maintenir un bourrelet constant. Lorsque tout le noir a été incorporé, y compris celui qui est tombé dans le bac, faire une coupe aux 3/4 de la largeur du manchon, dans les deux sens 10

5.2.2.3 Ajouter l'oxyde de zinc, le soufre et le TMTD 3

5.2.2.4 Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon 3

5.2.2.5 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 2

Durée totale 19

5.2.2.6 Étirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange.

5.2.2.7 Étirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ, pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable, pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau.

5.2.2.8 Conditionner le mélange durant 2 à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation.

6 Détermination des caractéristiques de vulcanisation — Évaluation d'après les caractéristiques en traction

Vulcaniser les plaques à 150 °C durant 20, 40 et 80 min.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 à 72 h.

Mesurer les caractéristiques en traction conformément à l'ISO 37.

1) National Bureau of Standards des USA.

7 Détermination des caractéristiques de vulcanisation — Évaluation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants :

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

selon 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
	NOTE — Une amplitude d'oscillation de 3° d'arc est autorisée comme alternative.
sélectivité :	à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H
température de la matrice :	160 °C
durée de chauffage précédant l'oscillation :	nulle

8 Formule d'essai pour la détermination de la vitesse de vulcanisation et du temps de grillage

8.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau ci-après.

Les ingrédients utilisés dans les mélanges doivent être des produits de référence NBS¹⁾, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau ci-après, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux.

Ingrédient	Produit de référence NBS N° de référence	Parties en masse
Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR)	—	100,00
Oxyde de zinc	370	2,00
Soufre	371	2,00
TMTD*	374	0,60
	Total	104,60

* Disulfure de tétraméthylthiurame.

8.2 Mode opératoire

8.2.1 Appareillage et mode opératoire

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

8.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à deux fois la masse correspondant à la formule (soit $2 \times 104,60 \text{ g} = 209,20 \text{ g}$). La température de la surface des cylindres doit être maintenue à $32,5 \pm 2,5 \text{ °C}$ pendant le mélangeage.

NOTE — Les écartements des cylindres doivent être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres.

	Durée (min)
8.2.2.1 Les cylindres étant écartés de 0,65 mm, former le manchon de caoutchouc. Ajouter l'oxyde de zinc dès que le manchon de caoutchouc est formé	4
8.2.2.2 Faire une coupe aux 3/4 de la largeur du manchon, dans les deux sens	3
8.2.2.3 Ajouter le soufre et le TMTD	2
8.2.2.4 Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	2
8.2.2.5 Couper le mélange et le retirer du cylindre. 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	3
Durée totale	14
8.2.2.6 Étirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange.	

NOTE — Si l'essai n'est pas effectué dans l'heure qui suit la préparation du mélange, celui-ci doit être conservé enveloppé entre deux feuilles en aluminium. L'essai doit être fait dans les 24 h qui suivent la préparation du mélange.

1) National Bureau of Standards des USA.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2302:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d812e3cc-7c33-4530-8b7a-d620bd746b9f/iso-2302-1985>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2302:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d812e3cc-7c33-4530-8b7a-d620bd746b9f/iso-2302-1985>