

NORME
INTERNATIONALE

ISO
2302

Quatrième édition
1995-12-15

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

iTeh STANDARD PREVIEW
Isobutene-isoprene rubber (IIR) — Evaluation procedures
(standards.iteh.ai)

[ISO 2302:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8242767f-e25f-43f6-9db3-6e53feb5207f/iso-2302-1995>



Numéro de référence
ISO 2302:1995(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 2302 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*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2302:1985), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

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 isobutène-isoprène (IIR) — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les essais physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, la formule d'essai normalisée, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour l'évaluation des caractéristiques de vulcanisation de tous types de caoutchoucs isobutène-isoprène (IIR).

saillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney.

ISO 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai.*

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

ISO 2393:1994, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

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 37:1994, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction.*

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres.*

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

ISO 289-1:1994, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de ci-*

ISO 2302:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/6e53feb5207f/iso-2302-1995>
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 Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure

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

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Viscosité Mooney

Préparer une prise d'essai sans passage sur mélangeur à cylindres, selon la méthode préconisée de l'ISO 1795.

Déterminer la viscosité Mooney conformément à l'ISO 289-1. La prise d'essai doit être coupée directement dans l'échantillon de laboratoire et le plus

possible exempte d'air et de bulles qui pourraient emprisonner de l'air contre le rotor et les parois.

La viscosité Mooney des caoutchoucs de haute masse moléculaire isobutène-isoprène ne varie pas linéairement avec cette masse moléculaire; en conséquence, il faut utiliser différentes températures d'essai pour des caoutchoucs de haute et de basse viscosité Mooney. Pour des caoutchoucs de basse viscosité Mooney (soit ne dépassant pas 60 dans les conditions prescrites ci-après), la viscosité doit être déterminée en tant que ML (1 + 8) à 100 °C. Pour des caoutchoucs à haute viscosité Mooney, la viscosité doit être déterminée en tant que ML (1 + 8) à 125 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à la méthode par mélangeage à chaud ou celle par étuvage prescrites dans l'ISO 248.

4.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A ou la méthode B prescrites dans l'ISO 247:1990.

5 Préparation des mélanges d'essais 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 doivent être des matériaux de référence normalisés par les organismes nationaux ou internationaux (ou par 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 du caoutchouc doivent être conformes à l'ISO 2393.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs isobutène-isoprène

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR)	100,0
Acide stéarique	1,00
Noir de référence	50,00
Oxyde de zinc	3,00
Soufre	1,75
TMTD ¹⁾	1,00
Total	156,75

1) Disulfure de tétraméthylthiurame.

Trois méthodes possibles sont prescrites:

Méthode A — Mélangeage sur mélangeur à cylindres

Méthode B — Mélangeage au mélangeur interne

Méthode C — Mélangeage au mélangeur miniature interne

La méthode B est présentée dans l'annexe informative A car trop peu d'expérience a été acquise avec cette méthode pour l'introduire dans le corps principal de la présente Norme internationale.

NOTE 1 Ces méthodes peuvent donner des résultats différents.

5.2.2 Méthode A — 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 $45 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ pendant tout le mélangeage.

Un bourrelet convenable de caoutchouc doit être maintenu entre les cylindres pendant le mélangeage. Si l'on ne peut y parvenir avec les écartements des cylindres prescrits ci-dessous, de légers ajustements de ces écartements peuvent s'avérer nécessaires.

Une masse de mélange égale à deux fois la masse correspondant à la formule peut aussi être utilisée, mais, dans ce cas, des ajustements supplémentaires de l'écartement des cylindres seront nécessaires.

	Durée (min)	
a) Les cylindres étant écartés de 0,65 mm, former le manchon de caoutchouc.	1,0	égale à 0,46 fois la masse correspondant à la formule (soit $0,46 \times 156,75 \text{ g} = 72,10 \text{ g}$) a été jugée acceptable.
b) Après avoir préalablement mélangé l'acide stéarique et le noir de carbone, répartir uniformément le mélange sur toute la longueur du bourrelet. Augmenter l'écartement des cylindres de temps en temps pour maintenir constant le bourrelet. Lorsque tout le noir de carbone a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon. Remettre sur le mélangeur tous les ingrédients qui seraient tombés dans le bac.	10,0	Mélanger avec la température du mélangeur miniature interne maintenue à $60 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ et la vitesse du rotor sans charge de 6,3 rad/s à 6,6 rad/s (60 r/min à 63 r/min). Préparer le caoutchouc en le passant une fois dans un mélangeur à cylindres dont la température est réglée à $50 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ et l'écartement des cylindres à 0,5 mm. Couper la feuille en bandes de 25 mm de largeur.
c) Ajouter l'oxyde de zinc, le soufre et le TMTD.	3,0	NOTE 2 Les ingrédients de mélangeage autres que le caoutchouc, le noir de carbone, peuvent être introduits dans les mélanges faits au mélangeur miniature interne de laboratoire, de façon plus précise et plus facilement s'ils sont préalablement mélangés ensemble dans les proportions requises par la formule. De tels mélanges peuvent être faits en utilisant l'un des dispositifs suivants:
d) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	a) Un mortier et un pilon.
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 l'un ou l'autre des bouts, alternativement.	2,0	b) Un mélangeur biconique. Agiter durant 10 min, la barre étant en rotation. c) Un mixer. Mélanger durant 5 fois 3 s, en raclant les parois internes du mixer pour y enlever les morceaux de matériaux après chaque période de 3 s. (Un mixer du type «Waring» a paru convenir pour cette méthode.) ATTENTION — L'acide stéarique peut fondre et empêcher ainsi une bonne dispersion si le temps de mélangeage dépasse 3 s en une fois.
Temps total	19,0	

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever un échantillon suffisant pour l'essai au rhéomètre.	1,0	1,0
g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ, pour la préparation des feuilles ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau, conformément à l'ISO 37.	1,0	2,0
h) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.	3,0	5,0

5.2.3 Méthode C — Mélangeage au mélangeur miniature interne

Pour un mélangeur miniature interne ayant une capacité nominale de 64 cm^3 , une masse de mélange

La température finale du mélange déchargé après 5 min ne doit pas dépasser 120 °C. Si nécessaire, la masse du mélange ou la température du mélangeur doivent être ajustées pour qu'une telle condition soit respectée.

- e) Faire passer le mélange deux fois entre les cylindres du mélangeur écartés de 3,0 mm et réglés à une température de 50 °C ± 5 °C.
- f) Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393) et l'enregistrer. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.
- g) Le cas échéant, découper une éprouvette pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation, conformément à l'ISO 3417 ou l'ISO 6502. Conditionner l'éprouvette durant 2 h à 24 h à 23 °C ± 3 °C avant détermination.
- h) Le cas échéant, tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ, pour la préparation des feuilles ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux, conformément à l'ISO 37. Pour obtenir l'effet directionnel dû aux cylindres, faire passer le mélange, préalablement plié, quatre fois entre les cylindres du mélangeur réglés à une température de 50 °C ± 5 °C et à un écartement approprié. Refroidir sur une surface sèche et plate.
- i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

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

Une amplitude d'oscillation de 3° d'arc est autorisée comme alternative. Si une telle amplitude est choisie, mesurer t_{s2} au lieu de t_{s1} .

sélectivité: À choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H .

température de la matrice: 160 °C ± 0,3 °C

durée de chauffage précédant l'oscillation: Nulle

6.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor (à cisaillement ou torsion)

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

ISO 2302: F_L , F_{max} à un temps défini, t_{s1} , $t'_{0,50}$ et $t'_{0,90}$

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

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

amplitude d'oscillation: 0,5° d'arc

Une amplitude d'oscillation de 1° d'arc est autorisée comme alternative. Si une telle amplitude est choisie, mesurer t_{s2} au lieu de t_{s1} .

sélectivité: À choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à F_{max} .

température de la matrice: 160 °C ± 0,3 °C

durée de chauffage précédant l'oscillation: Nulle

NOTE 3 Les deux types de rhéomètres peuvent donner des résultats différents.

7 Évaluation des caractéristiques en traction

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

Conditionner les feuilles vulcanisées durant 16 h à 96 h à une température et, si possible, une humidité normale définies dans l'ISO 471.

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

NOTE 4 La méthode C ne procure qu'une quantité de mélange suffisante pour l'évaluation des caractéristiques de vulcanisation au rhéomètre et celle des caractéristiques en traction d'une seule feuille vulcanisée. La durée de vulcanisation recommandée est de 40 min à 150 °C, mais d'autres conditions peuvent convenir.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires pour l'identification de l'échantillon;
- c) la température utilisée pour la détermination de la viscosité Mooney;
- d) la méthode choisie pour la détermination des matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- e) la méthode utilisée pour la détermination du taux de cendres (méthode A ou B de l'ISO 247:1990);
- f) les ingrédients de référence utilisés;
- g) la méthode de mélangeage utilisée;
- h) la masse de mélange utilisée en 5.2.2;
- i) les paramètres du conditionnement utilisés en 5.2.2 h), 5.2.3 i), article 7 et A.1 i);
- j) pour l'article 6:
 - le type de rhéomètre utilisé et la norme de référence,
 - la valeur du temps pour M_H ou F_{max} , et
 - l'amplitude d'oscillation utilisée pour l'essai à l'aide d'un rhéomètre;
- k) toute particularité inhabituelle qui aurait été observée lors des déterminations;
- l) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que toute opération considérée comme optionnelle;
- m) les résultats et les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- n) la date de l'essai.

STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 ISO 2302:1995
 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8242767f-e25f-43f6-9db3-6e53feb5207f/iso-2302-1995

Annexe A (informative)

Méthode B — Pour la préparation du mélange maître en utilisant le mélangeur interne, et pour la préparation du mélange final en utilisant le mélangeur à cylindres

Pour un mélangeur interne de type A1 (voir ISO 2393) ayant une capacité nominale de $1\,170\text{ cm}^3 \pm 40\text{ cm}^3$, une masse de mélange égale à 8,5 fois la masse correspondant à la formule (soit $8,5 \times 156,75\text{ g} = 1332\text{ g}$) a été jugée acceptable.

La vitesse du rotor rapide doit être réglée à 7 rad/s à 9 rad/s (67 r/min à 87 r/min).

La température finale du mélange déchargé après 5 min de mélangeage doit se trouver entre 150 °C et 170 °C. Si nécessaire, la masse du mélange doit être ajustée pour satisfaire les conditions de mélangeage prescrites.

Pendant la phase finale du mélangeage, les écartements des cylindres doivent être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres. Si l'on ne peut y parvenir avec les écartements des cylindres prescrits, de légers ajustements de ces écartements peuvent s'avérer nécessaires.

A.1 Phase 1 — Mélangeage initial

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler la température du mélangeur interne à une température initiale de 50 °C. Fermer la porte de décharge, mettre le rotor en marche, lever le piston.		
b) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston et procéder à la mastication du caoutchouc.	0,5	0,5
c) Relever le piston, introduire l'oxyde de zinc, l'acide stéarique et le noir de carbone, et abaisser le piston.	0,5	1,0

d) Laisser le mélange se faire.	2,0	3,0
e) Relever le piston, nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston, et abaisser le piston.	0,5	3,5
f) Laisser le mélange se faire.	1,5	5,0
g) Décharger le mélange.	—	
Temps total	5,0	

h) Mesurer immédiatement la température du mélange avec un instrument adéquat. Si la température mesurée sort des limites de 150 °C à 170 °C, éliminer le mélange.

Transférer le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 2,5 mm et maintenus à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 10 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.

i) Laisser reposer le mélange durant au moins 30 min et au plus 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales définies dans l'ISO 471.

A.2 Phase 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres

- a) La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à trois fois la masse correspondant à la formule (mélange maître: 462 g).
- b) Régler la température des cylindres à $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et l'écartement des cylindres à 1,5 mm.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)	
c) Former le manchon de mélange maître sur le cylindre lent.	1,0	1,0	g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever un échantillon suffisant pour l'essai au rhéomètre.
d) Ajouter le soufre et le TMTD. Ne pas couper le manchon jusqu'à ce que le soufre et l'accélérateur aient pénétré complètement le mélange.	1,5	2,5	h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ, pour la préparation des feuilles ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau conformément à l'ISO 37. Vérifier la masse du mélange et l'enregistrer. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.
e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, à 15 s d'intervalle entre chaque coupe.	2,5	5,0	i) Laisser reposer le mélange durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.
f) 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.	2,0	7,0	
Temps total	7,0		

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2302:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8242767f-e25f-43f6-9db3-6e53feb5207f/iso-2302-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8242767f-e25f-43f6-9db3-6e53feb5207f/iso-2302-1995>