### NORME INTERNATIONALE

ISO 2475

Troisième édition 1990-12-15

# Caoutchouc chloroprène (CR) — Types à usage général — Méthode d'évaluation

iTeh Rubber, chloroprene rubber (CR) ↓ General purpose types — Evaluation procedure (standards.iteh.ai)

ISO 2475:1990 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d082933-3ddf-4f62-a265-b6dca559163e/iso-2475-1990



#### **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 Wille Wille des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2475 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 3 ddf-462-a 265-(ISO 2475:1987). La principale différence technique de cette nouvelle édition de l'ISO 2475 par rapport à la deuxième édition est qu'un nouvel article «rapport d'essai» a été introduit en tant qu'article 9.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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

## Caoutchouc chloroprène (CR) — Types à usage général — Méthode d'évaluation

#### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essai physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients, les formules d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs chloroprène (CR) à usage général.

Les types de caoutchouc chloroprène à usage général se divisent en deux classes qui se distinguent 2475:1 dessai des éprouvettes par le type d'agent modifiant/utilisé pour leur préandards/sist/1d082933-3ddf-4f62-a26 paration:

bédca559163e/iso-150-1795:1974, Caoutch

- a) les types modifiés par le soufre;
- b) les types modifiés par un mercaptan;
- c) les types modifiés par d'autres produits. Pour la classe c), on utilisera, selon le cas, l'une ou l'autre des formules d'essai normalisées prescrites en 5.1 et 6.1.

#### 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 37:1977, Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.

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

ISO 248:1979, Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.

ISO 289:1985, Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney.

(standards 150 471:1983, Caoutchouc — Températures, humidià usage gé- tés et durées normales pour le conditionnement et se distinguent 2475:1 d'essai des éprouvettes.

> /sist/1d082933-3ddf.4f62-a265-JSQ\_1795:1974, Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.

> ISO 1796:1982, Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.

ISO 2393:1973, Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.

ISO 3417:1977, Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.

ISO 6502:1983, Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.

### 3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

- **3.1** Une pièce de masse 1500 g environ doit être prélevée conformément à l'ISO 1795.
- **3.2** La préparation de la prise d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1796.

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

#### 4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289, sur une prise d'essai préparée comme indiqué en 3.2. Noter le résultat en ML (1+4) à 100 °C.

#### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles en utilisant la méthode par étuvage prescrite dans l'ISO 248.

Si le caoutchouc est sous forme convenable, et en particulier s'il n'est pas sous forme de copeaux, la méthode utilisant le mélangeur chaud, prescrite dans l'ISO 248, peut également être utilisée, mais en maintenant la température des cylindres à  $\Delta$  50 °C  $\pm$  5 °C.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs chloroprène modifiés par le soufre

Ingrédient	Produit de référence NIST N° de référence	Parties en masse
Caoutchouc chloro- prène (CR) modifié par le soufre	_	100,00
Acide stéarique	372	0,50
Oxyde de magnésium <sup>1)</sup>		4,00
Noir SRF à bas module	382	30,00
Oxyde de zinc	370	5,00
Total		139,50

<sup>1)</sup> La surface spécifique de l'oxyde de magnésium doit être supérieure à 125 m²/g.

#### 5.2 Mode opératoire

à 5.2.1 Appareillage et mode opératoire

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

<u>ISO 2475:1990</u>

#### 4.3 Taux de cendres

modifiés par le soufre

https://standards.iteh.ai/catalog/standars/12/s2xt/1p/082033tication/62-a265-b6dca559163e/iso-2475-1990

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

- **5.2.2.1** Peser 500 g de caoutchouc chloroprène.
- **5.2.2.2** Régler la température des cylindres à 50 °C  $\pm$  5 °C.
- **5.2.2.3** Les cylindres étant écartés de 1,5 mm, former un manchon de caoutchouc. Compter le temps dès l'instant où le caoutchouc a collé sur le cylindre.
- **5.2.2.4** Régler l'écartement des cylindres afin d'obtenir un bourrelet de 12 mm environ de diamètre. Mélanger le caoutchouc durant 6 min, et couper, si nécessaire, pour obtenir un bourrelet et un manchon réguliers.
- **5.2.2.5** Retirer le caoutchouc du malaxeur et le faire refroidir jusqu'à la température ambiante avant le mélangeage.

#### 5.1 Formule d'essai normalisée

5 Confection du mélange pour

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau 1.

l'évaluation des caoutchoucs chloroprène

Les ingrédients doivent être des produits de référence NIST<sup>n</sup>, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 1, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

#### 5.2.3 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.

<sup>\*)</sup> National Institute of Standards and Technology (autrefois National Bureau of Standards) des USA.

La température de la surface des cylindres doit être maintenue à  $50~^{\circ}\text{C}~\pm~5~^{\circ}\text{C}$  pendant le mélangeage.

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

	Durée
	(min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,5 mm (ou un autre écartement convenable), former un manchon de caoutchouc prémastiqué	1,0
b) Ajouter l'acide stéarique	1,0
c) Ajouter lentement l'oxyde de magné- sium en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. S'as- surer que l'incorporation est complète avant d'ajouter le noir SRF	2,0
d) Ajouter le noir SRF. Augmenter l'écar- tement des cylindres pour obtenir tou- jours un bourrelet convenable	5,0
e) Ajouter l'oxyde de zinc	ANDAR
f) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon	tandards
g) Couper le mélange et le retirer du cy- lindre. Régler l'écartement à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en	ISO 2475:1
Durée totale	15,0

- h) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.
- i) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux.
- j) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

#### 6 Confection du mélange pour l'évaluation des caoutchoucs chloroprène modifiés par un mercaptan

#### 6.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau 2.

Les ingrédients doivent être des produits de référence NIST<sup>4)</sup>, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 2, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

Tableau 2 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs chloroprène modifiés par un mercaptan

par un mercapian			
Ingrédient	Produit de référence NIST N° de référence	Parties en masse	
Caoutchouc chlo- roprène (CR) mo- difié par un mercaptan	<b>W</b> –	100,00	
Acide stéarique	372	0,50	
Oxyde de magné- sium <sup>1)</sup>  sist/1d082933-3ddf-4f6	 2-a265-	4,00	
Noir SRF à bas module	382	30,00	
Oxyde de zinc	370	5,00	
ETU (en mélange- maître)	- Video	$0,50 + x^{2}$	
Total		$140,00 + x^{2}$	

- 1) La surface spécifique de l'oxyde de magnésium doit être supérieure à 125 m²/g.
- 2) x est le nombre de parties en masse de liant. La formule d'essai doit contenir 0,50 partie en masse d'ETU pure (éthylène thiourée, ou 2-mercapto-imidazoline), x aura donc des valeurs variables correspondant à la proportion de liant indiquée par le fabricant.

Les résultats peuvent dépendre du lot d'ETU utilisé. Lors d'essais interlaboratoires, l'ETU d'un même lot doit être distribué aux participants ou bien les participants doivent d'un commun accord se procurer l'ETU d'un même fournisseur.

#### 6.2 Mode opératoire Durée (min) a) Les cylindres étant écartés de 1,5 mm (ou un autre écartement convenable), former un manchon de caoutchouc pré-6.2.1 Appareillage et mode opératoire mastiqué ..... 1,0 L'appareillage et le mode opératoire pour le méb) Ajouter l'acide stéarique ..... 1,0 langeage, la préparation et la vulcanisation du cac) Ajouter lentement l'oxyde de magnéoutchouc doivent être conformes à l'ISO 2393. sium en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. S'assurer que l'incorporation est complète avant d'ajouter le noir SRF 2.0 6.2.2 Prémastication d) Ajouter le noir SRF. Augmenter l'écartement des cylindres pour obtenir toujours un bourrelet convenable ..... 5.0 e) Ajouter l'oxyde de zinc ..... 2.0 **6.2.2.1** Peser 500 g de caoutchouc chloroprène. f) Ajouter le mélange-maître ETU ..... 1.0 g) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côtés du manchon ..... 2,0 6.2.2.2 Régler la température des cylindres à h) Couper le mélange et le retirer du cy-50 °C ± 5 °C. lindre. Régler l'écartement à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en 6.2.2.3 Les cylindres étant écartés de 1,5 mm, for-Kintroduisant par l'un√ou l'autre des bouts 2.0 mer un manchon de caoutchouc. Compter le temps dès l'instant où le caoutchouc a collé sur le cytindre dans l'instant de la caoutchouc a collé sur le cytindre dans l'instant de la caoutchouc a collé sur le cytindre dans l'instant de la caoutchouc a collé sur le cytindre dans l'instant de la caoutchouc a collé Durée totale 16,0 ISO 2475:1990

- d'obtenir un bourrelet de 12 mm environ de diamètre. Mélanger le caoutchouc durant 6 min et couper, si nécessaire, pour obtenir un bourrelet et un manchon réguliers.
- 6.2.2.5 Retirer le caoutchouc du malaxeur et le faire refroidir jusqu'à la température ambiante avant le mélangeage.

#### 6.2.3 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.

La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 50 °C ± 5 °C pendant le mélangeage.

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

- https://standards.iteh.ai/catalog/standa/)dliverlensfeuille.dlépaisseur 6 mm environ et véri-6.2.2.4 Régler l'écartement des cylindres\_6.afin\_59163efier\_1a7masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre.
  - j) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux.
  - k) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans I'ISO 471.

#### 7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

 $M_{\rm I}$ ,  $M_{\rm H}$  au bout d'une durée déterminée  $t_{\rm s1}$ ,  $t'_{\rm c}(50)$  et  $t'_{\rm c}(90)$ 

conformément à l'ISO 3417 ou à l'ISO 6502, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

fréquence

d'oscillation:

1,7 Hz (100 cycles par minute)

amplitude

d'oscillation:

1º d'arc

sélectivité:

à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation

totale à  $M_{\rm H}$ 

NOTE 1 Avec certains caoutchoucs, 75 % ne peut être atteint.

température de

la matrice:

160 °C ± 0,3 °C

durée de chauffage précédant

l'oscillation:

nulle

#### Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés

Vulcaniser les plaques à 150 °C, en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes: 10 min, 20 min, 30 min, 40 min et 60 min. On peut également vulcaniser les plaques à 160°C. A

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h, si possible à température et humidité nor males prescrites dans l'ISO 471.

Mesurer les caractéristiques en tractione conformés tandards/sis référence, 301 de foutes opérations facultatives; ment à l'ISO 37. b6dca559163e/iso-2475

#### Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon:
- c) formule d'essai normalisée utilisée;
- d) produits de référence utilisés:
- e) méthode utilisée pour la détermination de la teneur en matières volatiles (mélangeage à chaud ou étuvage);
- durée au bout de laquelle  $M_{\rm H}$  a été mesuré dans l'article 7:
- g) essai au rhéomètre utilisé dans l'article 7 (ISO 3417 ou ISO 6502);
- h) température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 8;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans ISO 2475:199 les Normes internationales auxquelles il est fait
  - k) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
  - date de l'essai.

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 2475:1990 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d082933-3ddf-4f62-a265-b6dca559163e/iso-2475-1990

#### CDU 678.763.2:678.01

Descripteurs: caoutchouc, caoutchouc chloroprène, essai, essai chimique, essai de vulcanisation.

Prix basé sur 4 pages