
Norme internationale



2476

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

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Formule d'essai et évaluation des caractéristiques de vulcanisation

Rubber, butadiene (BR) — Solution-polymerized types — Test recipe and evaluation of vulcanization characteristics

Deuxième édition — 1980-10-01

CDU 678.762.2 : 678.01 : 678.028

Réf. n° : ISO 2476-1980 (F)

Descripteurs : élastomère, élastomère synthétique, polybutadiène, spécimen d'essai, essai, vulcanisation.

Prix basé sur 5 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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 2476 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

| | | |
|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Égypte, Rép. arabe d' | Royaume-uni |
| Allemagne, R.F. | Espagne | Sri Lanka |
| Autriche | France | Suède |
| Belgique | Hongrie | Tchécoslovaquie |
| Bésil | Inde | Thaïlande |
| Bulgarie | Italie | Turquie |
| Chine | Pays-Bas | URSS |
| Corée, Rép. de | Pologne | USA |
| Danemark | Roumanie | |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Mexique

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2476-1975).

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Formule d'essai et évaluation des caractéristiques de vulcanisation

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les ingrédients, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs butadiène (BR) polymérisés en solution, y compris les types étendus à l'huile (OEBR).

2 Références

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

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

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

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

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

3.1 Formule d'essai normalisée

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

Les ingrédients utilisés dans les mélanges doivent être des produits de référence NBS (National Bureau of Standards des USA), dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau, ou des produits conformes à des normes nationales équivalentes.

| Ingrédient | Produit de référence NBS n° | Parties en masse | |
|--|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| | | 1 Non étendues à l'huile | 2 Étendues à l'huile |
| Caoutchouc butadiène (BR) | — | 100,00 | 100,00 |
| Oxyde de zinc | 370 | 3,00 | 3,00 |
| Noir de four (type HAF) ¹⁾ | 378 | 60,00 | 60,00 |
| Acide stéarique | 372 | 2,00 | 2,00 |
| Huile de pétrole du type ASTM 103 (naphtéinique) ²⁾ | — | 15,00 | — |
| Soufre | 371 | 1,50 | 1,50 |
| TBBS ³⁾ | 384 | 0,90 | 0,90 |
| | | 182,40 | 167,40 |
| Masse volumique calculée, Mg/m ³ | | 1,11 | 1,14 à 1,16 ⁴⁾ |

1) 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.

2) Cette huile, de densité relative 0,92, est fabriquée par R.E. Carrol, P.O. Box 139, Trenton, N.J. 08601, USA. D'autres huiles, telles que Circosol 4240 ou Shellflex-724 peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats différents.

L'huile du type ASTM 103 a les caractéristiques suivantes :

Viscosité cinématique à 100 °C : 16,8 ± 1,2 mm²/s

Constante de viscosité-gravité : 0,889 ± 0,002

La constante de viscosité-gravité est calculée d'après la viscosité Saybolt universel à 37,8 °C et la densité relative à 15,5/15,5 °C. Utiliser l'équation suivante pour calculer la constante de viscosité-gravité (CVG) d'après les propriétés mesurées :

$$CVG = \frac{10 d - 1,075 2 \log (V - 38)}{10 - \log (V - 38)}$$

où

d est la densité relative à 15,5/15,5 °C;

V est la viscosité Saybolt universel à 37,8 °C.

3) *N-tert-butyl-2-benzothiazol sulfénamide*. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles dans l'éther ou dans l'éthanol inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à la température ambiante dans un récipient fermé, et la

teneur en matières insolubles dans l'éther ou dans l'éthanol doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit devra être rejeté ou recristallisé.

4) Basée sur un caoutchouc butadiène : étendu à 37,5 % d'huile.

3.2 Mode opératoire

3.2.1 Appareillage et mode opératoire

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

La description d'un mélangeur interne convenable est donnée dans l'annexe.

3.2.2 Méthodes de mélangeage

Trois méthodes de mélangeage sont spécifiées.

Méthode A — Pour la préparation du mélange maître et du mélange final en utilisant le mélangeur interne.

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.

Méthode C — Pour la préparation du mélange en utilisant le mélangeur à cylindres.

NOTE — Ces méthodes peuvent donner des résultats différents.

Le mélangeage des caoutchoucs butadiène en solution sur mélangeur à cylindres est plus difficile que celui des autres caoutchoucs, et l'utilisation d'un mélangeur interne permet d'obtenir de meilleurs résultats. En raison de la difficulté du mélangeage des caoutchoucs butadiène sur mélangeur à cylindres, il est conseillé d'employer l'une des méthodes utilisant un mélangeur interne (méthode A ou B) chaque fois qu'un tel appareil est disponible. Avec certaines qualités de caoutchouc butadiène, il n'est pas possible d'obtenir de bons mélanges en utilisant un mélangeur à cylindres.

3.2.2.1 Méthode A — Préparation du mélange maître et du mélange final en utilisant le mélangeur interne

3.2.2.1.1 Phase 1 — Mélangeage initial

| Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|-------------|-----------------------|
|-------------|-----------------------|

a) Régler la température, la vitesse et la pression du piston du mélangeur interne afin d'obtenir les conditions décrites en 3.2.2.1.1 e). Fermer la porte de décharge, mettre les rotors en marche, lever le piston — —

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|---|----------------|-----------------------------|
| b) Introduire la moitié du caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile [omettre de la formule 2 pour le caoutchouc butadiène étendu à l'huile (OEBR)], l'acide stéarique et le reste du caoutchouc. Abaisser le piston | 0,5 | 0,5 |
| c) Laisser travailler le mélange . | 3,0 | 3,5 |
| d) Relever le piston, et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston | 0,5 | 4,0 |
| e) Décharger le mélange soit lorsque la température de 170 °C est atteinte, soit après 6 min au maximum, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint .. | 2,0 | 6,0 |
| Durée totale (max.) | 6,0 | |

f) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 5,0 mm et maintenus à une température de 50 ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393).

g) Laisser reposer le mélange durant 30 min au moins et jusqu'à 24 h.

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|--|----------------|-----------------------------|
| c) Laisser travailler le mélange soit jusqu'à atteindre la température de 110 °C, soit 3 min au maximum, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint .. | 2,5 | 3,0 |
| Durée totale (max.) | 3,0 | |

d) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 0,8 mm et maintenus à une température de 50 ± 5 °C.

e) 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.

f) Tirer en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange. (voir ISO 2393). Prélever suffisamment d'échantillon pour effectuer des essais avec le rhéomètre, si nécessaire.

g) Tirer en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux (voir ISO 2393).

3.2.2.1.2 Phase 2 — Mélangeage final

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|---|----------------|-----------------------------|
| a) Refroidir le mélangeur interne jusqu'à une température de 40 ± 5 °C avec la circulation d'eau grande ouverte à travers les rotors. Démarrer le moteur et relever le piston | — | — |
| b) Maintenir le circuit d'eau de refroidissement ouvert et le circuit de vapeur fermé. Dans la moitié du mélange maître, répartir tout le soufre et le TBBS, le rouler en feuille et l'introduire dans le mélangeur. Ajouter le restant du mélange maître. Abaisser le piston | 0,5 | 0,5 |

3.2.2.2 Méthode B — Préparation du mélange maître en utilisant le mélangeur interne et du mélange final en utilisant le mélangeur à cylindres.

3.2.2.2.1 Phase 1 — Mélangeage initial

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|---|----------------|-----------------------------|
| a) Régler la température, la vitesse et la pression du piston du mélangeur interne afin d'obtenir les conditions décrites en 3.2.2.2.1 e). Fermer la porte de décharge, mettre les rotors en marche, lever le piston | — | — |
| b) Introduire la moitié du caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile [omettre de la formule 2 pour le caoutchouc butadiène étendu à l'huile (OEBR)], l'acide stéarique et le reste du caoutchouc. Abaisser le piston | 0,5 | 0,5 |
| c) Laisser travailler le mélange . | 3,0 | 3,5 |

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|---|----------------|-----------------------------|
| d) Relever le piston, et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston. | 0,5 | 4,0 |
| e) Décharger le mélange soit lorsque la température de 170 °C est atteinte, soit après 6 min au maximum, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint . . | 2,0 | 6,0 |
| Durée totale (max.) | 6,0 | |

f) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 5,0 mm et maintenus à une température de 50 ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393).

g) Laisser reposer le mélange durant 30 min au moins et jusqu'à 24 h.

3.2.2.2 Phase 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres

La masse, en grammes, du mélange (mélange maître, soufre et TBBS compris) mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé, doit être égale à quatre fois la masse correspondant à la formule.

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

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|--|----------------|-----------------------------|
| a) Régler et maintenir les cylindres à une température de 35 ± 5 °C et à un écartement de 1,5 mm. Former le mélange maître et former le manchon de caoutchouc sur le cylindre avant. | 1,0 | 1,0 |
| b) Ajouter lentement le soufre et le TBBS | 1,0 | 2,0 |
| c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon | 1,5 | 3,5 |
| d) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylin- | | |

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|---|----------------|-----------------------------|
| dres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts, alternativement | 1,5 | 5,0 |
| Durée totale | 5,0 | |

e) Tirer en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Prélever suffisamment d'échantillon pour effectuer des essais avec le rhéomètre, si nécessaire.

f) Tirer en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux (voir ISO 2393).

3.2.2.3 Méthode C — Préparation du mélange en utilisant le 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 35 ± 5 °C pendant le mélangeage.

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

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|--|----------------|-----------------------------|
| a) Les cylindres étant écartés de 1,3 mm, former le manchon de caoutchouc. | 1 | 1 |
| b) Ajouter régulièrement l'oxyde de zinc et l'acide stéarique, en les répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon | 2 | 3 |
| c) Ajouter régulièrement le noir de carbone, en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Lorsque la moitié environ du noir a été incorporée, régler l'écartement des cylindres à 1,8 mm et ajouter le reste du noir de carbone, y compris celui qui est tombé dans le bac. Faire deux coupes aux 3/4 | | |

| | Durée (min) | Temps cumulatif (min) |
|--|----------------|-----------------------------|
| de chaque côté du manchon, après un intervalle de 30 s | 15 à 18 | 18 à 21 |
| d) Ajouter très lentement l'huile [omettre de la formule 2 pour le caoutchouc butadiène étendu à l'huile (OEBR)], goutte à goutte . | 8 à 10 | 26 à 31 |
| e) Ajouter le soufre et le TBBS. | 2 | 28 à 33 |
| f) Faire six coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon | 2 | 30 à 35 |
| g) Couper le mélange et le reti- rer du cylindre. Régler l'écarte- ment à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylin- dres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts alternativement | 2 | 32 à 37 |

Durée totale 32 à 37

h) Tirer en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Prélever suffisamment d'échantillon pour effectuer des essais avec le rhéomètre, si nécessaire.

j) Tirer en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux (voir ISO 2393).

NOTE — Parfois, il est plus facile et plus pratique de combiner les deux points 3.2.2.3 c) et 3.2.2.3 d), soit en mélangeant au préalable l'huile et le noir de carbone et en ajoutant ensuite le mélange de noir de carbone et d'huile directement au mélange, sur le mélangeur à cylindres, comme décrit en 3.2.2.3 c) et donc en omettant le point 3.2.2.3 d), soit en ajoutant le noir de carbone et l'huile, alternativement.

4 Conditionnement des mélanges

Conditionner tous les mélanges, quelle que soit la méthode utilisée (A, B ou C), durant 2 à 24 h après mélangeage et avant

vulcanisation, à une température normale de laboratoire (voir ISO 471).

5 Détermination des caractéristiques de vulcanisation

5.1 Évaluation d'après les caractéristiques en traction

Vulcaniser les plaques à 145 °C durant 25, 35 et 50 min.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 à 72 h, à une température et une humidité normales de laboratoire (voir ISO 471).

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

5.2 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) et t'_c (90)

selon l'ISO 3417, en utilisant les conditions 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

température de la matrice : $160 \pm 0,1$ °C

durée de chauffage précédant l'oscillation : nulle (si des matrices «microdies» sont utilisées)
1 min (si une grande matrice est utilisée)