

NORME INTERNATIONALE

ISO
2476

Troisième édition
1988-12-15



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

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — Méthode d'évaluation

Rubber, butadiene (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation procedure

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 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 2476 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 2476 : 1980). Les principales différences techniques de cette nouvelle édition de l'ISO 2476 par rapport à la deuxième édition sont les suivantes :

- un nouvel article «échantillonnage» a été introduit en tant qu'article 3;
- un nouvel article «essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut» a été introduit en tant qu'article 4;
- en 5.2.2, il est fortement conseillé d'utiliser un mélangeur interne pour la préparation du mélange d'essai;
- en 5.2.2.3, dans le cas où seul un mélangeur à cylindres est disponible, la masse du mélange à mettre en œuvre a été ramenée à trois fois la masse correspondant à la formule, de façon à améliorer le mélangeage;
- dans l'article 8, d'autres conditions de vulcanisation sont autorisées, et la durée maximale de conditionnement des plaques vulcanisées a été portée à 96 h;
- un nouvel article «rapport d'essai» a été introduit en tant qu'article 9.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

Caoutchouc butadiène (BR) — Types polymérisés en solution — 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 butadiène (BR) polymérisés en solution, y compris les types étendus à l'huile (OEBR).

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 de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette 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 : 1978, *Caoutchouc — Détermination des cendres*.

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

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

ISO 471 : 1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes*.

ISO 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*.

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Une pièce de masse 1 500 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 Essais 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 dans l'ISO 1796, mais avec la modification suivante: pendant l'opération d'homogénéisation préalable, la température de surface des cylindres du mélangeur doit être maintenue à $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Noter le résultat en ML (1 + 4) à 100 °C.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 248.

4.3 Taux de cendres

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

5 Confection des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs butadiène

5.1 Formules d'essai normalisées

Les formules d'essai normalisées sont données dans le tableau 1.

Les ingrédients doivent être des produits de référence NBS^{*)}, dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 1, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées pour l'évaluation des caoutchouc BR

Ingrédient	Produit de référence NBS N° de référence	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 carbone HAF ¹⁾	378	60,00	60,00
Acide stéarique	372	2,00	2,00
Huile du type ASTM 103 ²⁾	—	15,00	—
Soufre	371	1,50	1,50
TBBS ³⁾	384	0,90	0,90
Totaux		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 masse volumique 0,92 g/cm³, est fabriquée par la Sun Refining and Marketing Company, et est distribuée par R.E. Carroll, P.O. Box 139, Trenton, NJ 08601, USA. Les demandes en provenance de l'étranger doivent être adressées à Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103, USA. D'autres huiles, telles que Circosol 4240 ou Shellflex 724, peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats légèrement 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 Universal 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 :

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

où

- d* est la densité relative à 15,5/15,5 °C;
- v* est la viscosité Saybolt Universal 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 doit être rejeté ou recristallisé.

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

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.

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

5.2.2 Méthodes de mélangeage

Trois méthodes de mélangeage sont prescrites :

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 polymérisés en solution sur mélangeur à cylindres, en utilisant la formule d'essai normalisée, 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.

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

5.2.2.1.1 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 5.2.2.1.1 e). Fermer la porte de décharge, mettre le rotor 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
d) Relever le piston, et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston	0,5	4,0

*) National Bureau of Standards des USA.

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 °C ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. 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.

g) Laisser reposer le mélange durant au moins 30 min et jusqu'à 24 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

5.2.2.1.2 Phase 2 — Mélangeage final

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Refroidir le mélangeur interne jusqu'à une température de 40 °C ± 5 °C avec la circulation d'eau grande ouverte à travers le rotor. 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
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 °C ± 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'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 à disque oscillant.

g) 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.

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

5.2.2.2.1 Phase 1 — Mélangeage initial

Procéder conformément à 5.2.2.1.1.

5.2.2.2.2 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.

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)	Temps cumulatif (min)
a) Régler et maintenir les cylindres à une température de 35 °C ± 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 cylindres, 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'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 à disque oscillant.

f) 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.

5.2.2.3 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 trois fois la masse correspondant à la formule. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 35 °C ± 5 °C pendant toute la durée du mélangeage.

Les méthodes A et B, qui conduisent à une meilleure dispersion des ingrédients, sont préférables si l'on dispose d'un mélangeur interne.

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)	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 de chaque côté du manchon, à 30 s d'intervalle.....	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 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	32 à 37
Durée totale	32 à 37	

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 à disque oscillant.

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.

Parfois, il est plus facile et plus pratique de combiner les deux points 5.2.2.3 c) et 5.2.2.3 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 5.2.2.3 c) et donc en omettant le point 5.2.2.3 d), soit en ajoutant le noir de carbone et l'huile, alternativement.

6 Conditionnement des mélanges

Conditionner tous les mélanges, quelle que soit la méthode utilisée (A, B ou C), 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.

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

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants :

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

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

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

NOTE -- Avec certains caoutchoucs 75 % ne peut être atteint.

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

durée de chauffage précédant l'oscillation : nulle

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

Vulcaniser les plaques à 145 °C durant 25 min, 35 min et 50 min. On peut également vulcaniser les plaques à 150 °C durant 20 min, 30 min et 50 min.

Les trois durées de vulcanisation doivent être choisies de manière qu'on obtienne des vulcanisats respectivement sous-vulcanisés, optimaux et survulcanisés du caoutchouc en essai.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

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

9 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);
- f) méthode de mélangeage utilisée en 5.2.2;
- g) température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 8;
- h) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- i) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- j) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- k) date de l'essai.