
**Caoutchouc isoprène (IR) — Types
polymérisés en solution et non
étendus à l'huile — Méthode
d'évaluation**

*Isoprene rubber (IR) — Non-oil-extended, solution-polymerized types
— Evaluation procedures*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 2303:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/32c5acbb-a44d-4937-951d-fb4626b70d71/iso-2303-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/32c5acbb-a44d-4937-951d-fb4626b70d71/iso-2303-2019>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 2303:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/32c5acbb-a44d-4937-951d-fb4626b70d71/iso-2303-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/32c5acbb-a44d-4937-951d-fb4626b70d71/iso-2303-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5.1 Indice consistométrique Mooney.....	2
5.2 Matières volatiles.....	2
5.3 Cendres.....	2
6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isoprènes	2
6.1 Formule d'essai normalisée.....	2
6.2 Mode opératoire.....	3
6.2.1 Appareillage et mode opératoire.....	3
6.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres.....	3
6.2.3 Mode opératoire sur mélangeur interne de laboratoire (LIM).....	5
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre	9
7.1 Évaluation à l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant.....	9
7.2 Évaluation à l'aide d'un rhéomètre sans rotor.....	9
8 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés	9
9 Fidélité	10
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Données de fidélité pour mélangeur à cylindres et mélangeur interne de laboratoire	11
Annexe B (informative) Données de fidélité supplémentaires pour le caoutchouc naturel	13
Bibliographie	15

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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 sixième édition annule et remplace la cinquième édition (ISO 2303:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique.

La principale modification par rapport à la précédente édition est de permettre l'utilisation de la méthode donnée dans l'ISO 248-2 en [5.2](#) et dans [l'Article 10](#).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <https://www.iso.org/members.html>.

Caoutchouc isoprène (IR) — Types polymérisés en solution et non étendus à l'huile — Méthode d'évaluation

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie, pour des caoutchoucs polyisoprènes (IR), polymérisés en solution, non étendus à l'huile à usage général:

- les essais physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, une formule d'essai normalisée, l'appareillage et les méthodes d'essai pour l'évaluation des caractéristiques de vulcanisation.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 247-1:2018, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Technique de combustion sèche*

ISO 248-1, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*

ISO 248-2, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 2: Méthodes thermogravimétriques utilisant un analyseur automatique avec une unité de séchage infrarouge*

ISO 289-1, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

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

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et modes opératoires*

ISO 6502-1, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 1: Introduction*

ISO 6502-2, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 2: Rhéomètre à disque oscillant*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

4.1 Un échantillon pour laboratoire d'environ 1,5 kg doit être prélevé selon la méthode décrite dans l'ISO 1795.

4.2 La préparation de la prise d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1795.

5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

5.1 Indice consistométrique Mooney

L'indice consistométrique Mooney doit être déterminé conformément à l'ISO 289-1, sur une prise d'essai préparée comme décrit dans l'ISO 1795 (sans homogénéisation préalable).

Le résultat doit être enregistré comme ML(1 + 4) à 100 °C.

5.2 Matières volatiles

La teneur en matières volatiles doit être déterminée conformément à l'ISO 248-1 ou l'ISO 248-2.

5.3 Cendres

Le taux de cendres doit être déterminé conformément à l'ISO 247-1.

6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs isoprènes

6.1 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 des organismes nationaux ou internationaux. Si aucun matériau de référence normalisé n'est disponible, les ingrédients utilisés doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs IR

Ingrédient	Parties en masse
Caoutchouc isoprène (IR)	100,00
Acide stéarique	2,00
Oxyde de zinc	5,00
Soufre	2,25
Noir de référence industriel (N330)	35,00

Tableau 1 (suite)

Ingrédient	Parties en masse
TBBS ^a	0,70
Total	144,95

^a TBBS ou *N-tert*-butylbenzothiazole-2-sulfénamide conformément à l'ISO 6472. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles inférieure à 0,3 %, conformément à l'ISO 11235. Ce produit doit être conservé à température ambiante dans un récipient fermé et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les 6 mois. Si cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être mis au rebut. Le TBBS peut être purifié à l'aide d'un retraitement, la recristallisation par exemple; le procédé correspondant n'est pas du domaine du présent document.

6.2 Mode opératoire

6.2.1 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.

6.2.2 Mélangeage sur mélangeur à cylindres

6.2.2.1 Généralités

Deux méthodes de mélangeage sont spécifiées: méthodes A et B. La durée de mélangeage est plus courte pour la méthode B que pour la méthode A.

Les deux méthodes ne conduisent pas forcément à des résultats identiques. Le même mode opératoire doit être utilisé dans tous les cas lors de comparaisons entre laboratoires ou lors d'essais en série.

Dans les deux méthodes, 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 $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant le mélangeage.

Un bourrelet convenable entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres spécifiés en 6.2.2.2 et 6.2.2.3 ne permettent pas de l'obtenir, de petits réglages de l'ouverture du cylindre peuvent être nécessaires.

6.2.2.2 Méthode A

	Durée (min)	Temps cumulé (min)
a) Les cylindres étant écartés de 0,5 mm, effectuer deux passages du caoutchouc sans former de manchon pendant environ 2 min et peser le caoutchouc.	2,0	2,0
b) Les cylindres étant écartés de 1,4 mm, former le manchon de caoutchouc et faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	4,0

NOTE Lorsque certains types de caoutchouc isoprène passent sur le cylindre arrière, il convient d'ajouter l'acide stéarique; l'incorporation de cet ingrédient permet le retour du polymère sur le cylindre avant. De plus, certains types de caoutchouc isoprène sont très durs et nécessitent un malaxage légèrement plus long avant d'ajouter les autres ingrédients, afin d'obtenir un manchon plus lisse.

c) Régler l'écartement des cylindres à 1,7 mm et ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	6,0
d) Ajouter l'oxyde de zinc et le soufre. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	9,0
e) Ajouter régulièrement le noir de carbone, en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet. Lorsque la moitié environ du noir de carbone a été incorporée, régler l'écartement des cylindres à 1,9 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, puis ajouter le reste du noir de carbone, y compris le noir de carbone qui est tombé dans le bac. Lorsque tout le noir a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	13,0	22,0
f) Ajouter le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à 1,9 mm. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	25,0
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.	3,0	28,0
h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de $\pm 0,5$ % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.		
i) Prélever une quantité suffisante de mélange pour évaluer les caractéristiques de vulcanisation, conformément à l'ISO 6502-1 ou l'ISO 6502-2. Conditionner ce matériau pendant 2 h à 24 h, si possible à température et humidité normales comme défini dans l'ISO 23529, avant l'essai.		
j) Tirer le mélange 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'anneau, conformément à l'ISO 37.		
k) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h avant vulcanisation, si possible à température et humidité normales, comme défini dans l'ISO 23529.		

6.2.2.3 Méthode B

	Durée (min)	Temps cumulé (min)
a) Les cylindres étant écartés de 0,5 mm ± 0,1 mm, effectuer deux passages du caoutchouc sans former de manchon. Puis, tout en écartant progressivement les cylindres jusqu'à 1,4 mm, former le manchon de caoutchouc.	2,0	2,0
b) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	4,0
c) Ajouter le soufre et l'oxyde de zinc. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	7,0
d) Ajouter la moitié du noir de carbone. Faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	10,0
e) Ajouter le reste du noir de carbone, y compris le noir de carbone qui est tombé dans le bac. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	5,0	15,0
f) Ajouter le TBBS. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	3,0	18,0

- g) Couper le mélange et le retirer du cylindre. Régler l'écartement à $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ 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. 2,0 20,0
- h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de $\pm 0,5\%$ de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.
- i) Prélever une quantité suffisante de mélange pour évaluer les caractéristiques de vulcanisation, conformément à l'ISO 6502-1 ou l'ISO 6502-2. Conditionner ce matériau pendant 2 h à 24 h, si possible à température et humidité normales comme défini dans l'ISO 23529, avant l'essai.
- j) Tirer le mélange 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'anneau, conformément à l'ISO 37.
- k) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h avant vulcanisation, si possible à température et humidité normales, comme défini dans l'ISO 23529.

6.2.3 Mode opératoire sur mélangeur interne de laboratoire (LIM)

6.2.3.1 Généralités

Pour un LIM ayant une capacité nominale de mélangeage comprise entre 65 cm^3 et $2\,000 \text{ cm}^3$ environ, la masse d'un mélange doit être égale à la capacité nominale du mélangeur, exprimée en centimètres cubes, multipliée par la masse volumique du mélange. Les conditions du LIM doivent être les mêmes pour chaque mélange préparé durant la préparation d'une série de mélanges identiques. Au début de chaque série de mélanges d'essai, un mélange de même formule que les mélanges soumis à essai doit être confectionné pour mettre le mélangeur en conditions. Le LIM doit pouvoir refroidir jusqu'à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. Le réglage de la température ne doit pas être modifié pendant la réalisation d'une série de mélanges d'essai.

6.2.3.2 Mode opératoire de mélangeage en une seule étape

La technique de mélangeage doit permettre d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients. La température finale du mélange déchargé après le mélangeage ne doit pas dépasser $120 \text{ }^\circ\text{C}$. Si nécessaire, ajuster la masse du mélange, la température de la tête du mélangeur et/ou la vitesse du rotor afin que cette condition soit remplie.

NOTE 1 Des ingrédients autres que le caoutchouc, le noir de carbone et l'huile peuvent être ajoutés au LIM d'une manière plus précise et avec une plus grande facilité s'ils ont été préalablement mélangés entre eux dans les proportions exigées par la formule. De tels mélanges peuvent être obtenus à l'aide d'un mortier et d'un pilon, par mélangeage pendant 10 min dans un mixeur biconique à barre rotative, ou par mélangeage dans un mixeur durant cinq périodes de 3 s et en raclant la partie interne du mixeur pour récupérer, après chaque période de 3 s, les matériaux adhérant aux parois. Il s'est avéré qu'un mixeur Waring¹⁾ convenait pour cette méthode. Attention: s'il est mélangé pendant plus de 3 s, l'acide stéarique peut fondre et empêcher une bonne dispersion.

NOTE 2 Un exemple de mode opératoire de mélangeage sur LIM est donné ci-dessous:

1) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

	Durée (min)	Temps cumulé (min)
a) Charger le caoutchouc, abaisser le piston et laisser la mastication du caoutchouc se dérouler.	1,0	1,0
b) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le TBBS préalablement mélangés, en prenant soin d'éviter toute perte. Ajouter ensuite le noir de carbone, essuyer l'orifice et abaisser le piston.	1,0	2,0
c) Laisser le mélange s'effectuer.	7,0	9,0
d) Arrêter le moteur, relever le piston, retirer la cuve de mélangeage et décharger le mélange. Noter la température maximale du mélange.		
e) Après avoir déchargé le mélange, le faire passer dans un mélangeur réglé à 70 °C ± 5 °C, une fois avec une ouverture de 0,5 mm, puis deux fois avec une ouverture de 0,3 mm.		
f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de plus de $\pm \frac{0,5}{15}$ % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.		
g) Prélever une quantité suffisante de mélange pour évaluer les caractéristiques de vulcanisation, conformément à l'ISO 6502-1 ou l'ISO 6502-2. Conditionner ce matériau pendant 2 h à 24 h, si possible à température et humidité normales comme défini dans l'ISO 23529, avant l'essai.		
h) Tirer le mélange 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'anneau, conformément à l'ISO 37.		
i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h avant vulcanisation, si possible à température et à humidité normales comme défini dans l'ISO 23529.		

6.2.3.3 Mode opératoire de mélangeage en deux étapes incluant le mélangeur pour mélangeage final

6.2.3.3.1 Généralités

Le LIM doit pouvoir refroidir jusqu'à 60 °C entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant.

6.2.3.3.2 Étape 1 — Mélange initial

La technique de mélangeage doit permettre d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients.

La température finale du mélange déchargé après mélangeage doit être comprise entre 150 °C et 170 °C. Si nécessaire, ajuster la masse du mélange, la température de la tête du mélangeur et/ou la vitesse du rotor afin que cette condition soit remplie.

NOTE Un exemple de mode opératoire de mélangeage initial est donné ci-dessous:

	Durée (min)	Temps cumulé (min)
a) Régler la température du LIM afin d'obtenir une température initiale de 60 °C ± 3 °C. Fermer la porte de décharge, régler la vitesse du rotor à 77 r/min, mettre le rotor en marche et lever le piston.	—	—