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

Reclaimed isobutene-isoprene (IIR) rubber — Evaluation procedure

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16096:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ea0b7e-d219-4839-b146-6021fba562cc/iso-ts-16096-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ea0b7e-d219-4839-b146-6021fba562cc/iso-ts-16096-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 16096:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ea0b7e-d219-4839-b146-6021fba562cc/iso-ts-16096-2021)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ea0b7e-d219-4839-b146-6021fba562cc/iso-ts-16096-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
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	1
4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5.1 Indice viscosimétrique Mooney.....	2
5.2 Extrait par l'acétone.....	2
5.3 Cendres.....	2
5.4 Noir de carbone.....	2
5.5 Teneur en caoutchouc.....	2
6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation	2
6.1 Formule d'essai normalisée.....	2
6.2 Mode opératoire de mélangeage — Mélangeage avec un mélangeur de laboratoire à cylindres.....	3
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre	4
7.1 Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant.....	4
7.2 Utilisation d'un rhéomètre sans rotor.....	5
8 Évaluation de l'indice viscosimétrique Mooney des mélanges d'essai	5
9 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés	5
10 Évaluation de la dureté Shore des mélanges d'essai vulcanisés	5
11 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

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 seconde édition annule et remplace la première édition (ISO/TS 16096:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- la mise à jour des références normatives;
- l'ajout des numéros CAS dans le [Tableau 1](#);
- l'ajout d'une Bibliographie.

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 www.iso.org/fr/members.html.

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

1 Domaine d'application

Le présent document définit

- les méthodes d'essais physiques et chimiques des caoutchoucs bruts isobutène-isoprène (IIR) régénérés, et
- les ingrédients normalisés, des formules d'essai normalisées, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation et des propriétés mécaniques des caoutchoucs isobutène-isoprène.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 48-4, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté — Partie 4: Dureté par pénétration par la méthode du duromètre (dureté Shore)*

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

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

ISO 1382, *Caoutchouc — Vocabulaire*

ISO 1407:2011, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*

ISO 1408:1995, *Caoutchouc — Dosage du noir de carbone — Méthode pyrolytique et méthodes par dégradation chimique*

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

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

ISO 6502-3, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 3: Rhéomètre sans rotor*

ASTM D297-15(2019), *Standard Test Methods for Rubber Products — Chemical Analysis*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions données dans l'ISO 1382 s'appliquent.

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

- 4.1 Prélever un échantillon de laboratoire d'environ 1,5 kg selon la méthode décrite dans l'ISO 1795.
- 4.2 Préparer l'échantillon d'essai conformément à l'ISO 1795.

5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

5.1 Indice viscosimétrique Mooney

Déterminer l'indice viscosimétrique Mooney conformément à l'ISO 289-1, sur un échantillon d'essai préparée comme indiqué en 4.2.

Enregistrer le résultat comme ML(1 + 4) à 100 °C.

5.2 Extrait par l'acétone

Déterminer l'extrait par l'acétone conformément à la méthode A ou à la méthode B de l'ISO 1407:2011.

5.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A de l'ISO 247-1:2018.

5.4 Noir de carbone

Déterminer la teneur en noir de carbone conformément à l'ISO 1408:1995, Méthode A.

5.5 Teneur en caoutchouc

Déterminer la teneur en caoutchouc, R (en %), conformément à l'ASTM D297-15(2019), Articles 11, 12, et 13.

$$R = 100 - (a + b + c) \quad (1)$$

où

- a est le taux de noir de carbone, en pourcentage (%);
- b est le taux de cendres, en pourcentage (%);
- c est l'extrait par acétone, en pourcentage (%).

6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation

6.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée pour l'évaluation du caoutchouc isobutène-isoprène régénéré est donnée dans le [Tableau 1](#).

Les ingrédients utilisés doivent être des matériaux de référence normalisés au niveau national ou international. En l'absence de matériau de référence normalisé, les ingrédients à utiliser doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée

Ingrédient	Numéro CAS	Parties en masse
Caoutchouc isobutène-isoprène (IIR) régénéré		100,00 + x + y + z
Oxyde de zinc ^a	1314-13-2	5,00
Soufre ^a	7704-34-9	2,00
ZBEC (dibenzylethiocarbamate de zinc) ^a	14726-36	1,50
Mercaptobenzothiazole (MBT)	149-30-4	1,00
NOTE 1 x est le nombre de parties de noir de carbone pour 100 parties de caoutchouc dans le caoutchouc isobutène-isoprène régénéré.		
NOTE 2 y est le nombre de parties de l'extrait par acétone pour 100 parties de caoutchouc dans le caoutchouc isobutène-isoprène régénéré.		
NOTE 3 z est le nombre de parties de cendres pour 100 parties de caoutchouc dans le caoutchouc isobutène-isoprène régénéré.		
^a Des ingrédients en poudre sont utilisés (ingrédients de vulcanisation standards utilisés dans l'industrie).		

6.2 Mode opératoire de mélangeage — Mélangeage avec un mélangeur de laboratoire à cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être suffisante pour former un bourrelet de caoutchouc approprié. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à 50 °C ± 5 °C pendant toute la durée du mélangeage.

Un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage. Si cela n'est pas obtenu avec les réglages d'écartement des cylindres spécifiés ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires.

Une masse de mélange mis en œuvre sur mélangeur à cylindres égale à deux fois la masse de la formule peut également être utilisée. Cependant dans ce cas, des ajustements supplémentaires d'écartement des cylindres sont nécessaires.

	Durée min	Durée cumulée min
a) Former le manchon de caoutchouc régénéré, les cylindres étant écartés de 1,2 mm,	1,0	1,0
b) Ajouter régulièrement l'oxyde de zinc sur toute la longueur des cylindres du mélangeur. Lorsque tout l'oxyde de zinc a été incorporé, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	1,0	2,0
Ne pas découper le mélange tant que de la poudre est visible dans le bourrelet ou à la surface du cylindre. S'assurer de remettre dans le mélange tout ingrédient tombé du mélangeur à cylindre.		
c) Ajouter régulièrement le MBT sur toute la longueur des cylindres du mélangeur. Lorsque toute la poudre a été incorporée, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	1,0	3,0
d) Ajouter régulièrement le ZBEC sur toute la longueur des cylindres du mélangeur. Lorsque toute la poudre a été incorporée, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	1,0	4,0

- | | | |
|--|-----|------|
| e) Ajouter régulièrement le soufre sur toute la longueur des cylindres du mélangeur. Lorsque toute la poudre a été incorporée, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. | 1,0 | 5,0 |
| f) Couper le mélange et le retirer des cylindres du mélangeur. | 2,0 | 7,0 |
| g) Régler l'écartement du mélangeur à cylindres à 1,2 mm et faire passer le mélange 12 fois entre les cylindres. | 3,0 | 10,0 |

Durée totale (max.)	10,0
---------------------	------

- h) Tirer le mélange en feuille, dans le sens du grain, à une épaisseur d'environ 6 mm et vérifier le poids du mélange (voir l'ISO 2393). Si le poids du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.
- i) Retirer suffisamment de matériau pour l'essai au rhéomètre.
- j) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 2,2 mm pour la préparation de plaques d'essai ou d'une épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneau ou d'haltères conformément à l'ISO 37.
- k) Après mélangeage, conditionner le mélange pendant au moins 2 h, mais pas plus de 24 h, si possible à température et humidité normales de laboratoire comme défini dans l'ISO 23529.

NOTE Pour les caoutchoucs régénérés à très faible indice viscosimétrique Mooney, une tendance du régénéré à coller sur le cylindre peut être observée. Par conséquent, le découpage tel que mentionné dans le mode opératoire peut parfois ne pas être possible. Dans de tel cas, la lame racleuse telle que représentée à la [Figure 1](#) peut être utilisée. Après avoir raclé le matériau à chaque fois, il est nécessaire de le plier deux fois et de le passer à nouveau dans le mélangeur à cylindres pour assurer un mélangeage adéquat des produits chimiques.



Légende
1 lame racleuse

Figure 1 — Exemple de lame racleuse

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

7.1 Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L, M_H à un temps défini, $t_{s1}, t'_c(50), t'_c(90), t'_c(95)$, et $t'_c(99)$

conformément à l'ISO 6502-2, 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 permise en option. Si cette amplitude est choisie, mesurer t_{s2} au lieu de t_{s1} .);
- gamme de couple: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H ;
- température de la matrice: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$;
- durée de préchauffage: aucune.

7.2 Utilisation d'un rhéomètre sans rotor

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

F_L, F_{max} à un temps défini, $t_{s1}, t'_c(50), t'_c(90), t'_c(95)$, et $t'_c(99)$

conformément à l'ISO 6502-3, 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 permise en option. Si cette amplitude est choisie, mesurer t_{s2} au lieu de t_{s1} .);
- gamme de couple: à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à F_{max} ;
- température de la matrice: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$;
- durée de préchauffage: aucune.

Les deux types de rhéomètre peuvent ne pas donner des résultats identiques.

8 Évaluation de l'indice viscosimétrique Mooney des mélanges d'essai

Déterminer l'indice viscosimétrique Mooney conformément à l'ISO 289-1.

Enregistrer le résultat comme $ML(1 + 4)$ à 100 °C .

9 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés

AVERTISSEMENT — La formation de nitrosamines est possible pendant la vulcanisation.

Vulcaniser les plaques à 160 °C pendant 30 min.

Conditionner les plaques/pions vulcanisées pendant 16 h à 96 h à une température normale de laboratoire et, si possible, à une humidité normale de laboratoire comme défini dans l'ISO 23529.

Mesurer les caractéristiques de contrainte-déformation conformément à l'ISO 37.

10 Évaluation de la dureté Shore des mélanges d'essai vulcanisés

Mesurer la dureté Shore en utilisant des duromètres avec l'échelle A pour caoutchoucs dans la gamme normale de dureté en conformité avec l'ISO 48-4.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les éléments suivants:

- a) une référence au présent document (c'est-à-dire ISO/TS 16096:2021);
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) la méthode utilisée pour déterminer le taux de cendres (méthode A de l'ISO 247-1:2018);
- d) la méthode utilisée pour déterminer l'extrait par l'acétone (méthode A ou méthode B de l'ISO 1407:2011);
- e) la méthode utilisée pour déterminer le noir de carbone (méthode A de l'ISO 1408:1995);
- f) les ingrédients de référence utilisés pour préparer le mélange d'essai;
- g) les conditions ambiantes dans le laboratoire pendant la préparation du mélange d'essai;
- h) le type de rhéomètre utilisé, le temps défini auquel M_H a été mesuré et l'amplitude d'oscillation utilisée pour l'essai au rhéomètre, tel que défini à l'[Article 7](#);
- i) tout détail particulier éventuel relevé au cours des déterminations;
- j) toute opération non prévue dans le présent document ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ainsi que toute opération considérée comme facultative;
- k) les résultats et les unités dans lesquelles ils sont exprimés;
- l) la date de l'essai.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ea0b7e-d219-4839-b146-6021fba562cc/iso-ts-16096-2021>