

NORME INTERNATIONALE

**ISO
3257**

Troisième édition
1992-03-15

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Méthode d'évaluation dans les caoutchoucs butadiène-styrène

iTeh STANDARD PREVIEW

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Method of
evaluation in styrene-butadiene rubbers*

ISO 3257:1992

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/61ecc46c-c892-4f13-8d7e-f7ceeb33ec01/iso-3257-1992>



Numéro de référence
ISO 3257:1992(F)

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 des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3257 a été élaborée 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3257:1982). Les principales différences techniques de cette nouvelle édition de l'ISO 3257 par rapport à la précédente sont les suivantes:

- dans la note 1 du tableau 1, les limites pour la consistance Mooney du caoutchouc de référence ont été modifiées;
- en 3.2.2 h) (anciennement 3.2.2.8), une condition pour la masse du mélange d'essai a été introduite;
- dans l'article 4 (anciennement paragraphe 4.2), la limite pour la sélectivité du rhéomètre à disque oscillant a été modifiée et une tolérance sur la température de la matrice a été introduite;
- un nouvel article «rapport d'essai» a été introduit en tant qu'article 6.

© ISO 1992

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

Imprimé en Suisse

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Méthode d'évaluation dans les caoutchoucs butadiène-styrène

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les ingrédients, la formule d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination de la qualité du noir de carbone dans les caoutchoucs butadiène-styrène (SBR).

NOTE 1 Des variations dans l'appareillage et dans les méthodes d'essai autorisées dans la présente Norme internationale peuvent conduire à des résultats différents. Par conséquent, il est préférable que le noir de carbone examiné soit comparé, dans les mêmes conditions, à un noir de carbone de référence.

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

ISO 3417:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

3 Confection des mélanges d'essai pour l'évaluation du noir de carbone dans les caoutchoucs butadiène-styrène

3.1 Formule d'essai normalisée

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

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

3.2 Mode opératoire

3.2.1 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.

3.2.2 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 (voir tableau 1).

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

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

^{*)} National Institute of Standards and Technology (autrefois National Bureau of Standards) des USA.

Durée
(min)

Temps
cumu-
latif
(min)

- a) Les cylindres étant écartés de 1,1 mm, former un manchon de caoutchouc et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, toutes les 30 s ... 2 2
- b) Ajouter lentement le soufre en le répartissant uniformément sur toute la longueur du bourrelet 2 4
- c) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon 2 6
- d) 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 1,4 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon. Ajouter ensuite le reste du noir de carbone, y compris celui qui est tombé dans le bac. Lorsque tout le noir a été incorporé, régler l'écartement des cylindres à 1,8 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon 10 16
- e) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à 1,8 mm 3 19
- f) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon ... 3 22
- 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 24

Durée totale 24

Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation du noir de carbone dans les caoutchoucs butadiène-styrène

| Ingrédient | Produit de référence NIST N° de référence | Parties en masse |
|---|---|------------------|
| SBR 1500 ¹⁾ | 386 | 100,00 |
| Oxyde de zinc | 370 | 3,00 |
| Soufre | 371 | 1,75 |
| Acide stéarique | 372 | 1,00 |
| Noir de carbone (à l'exception de la série N 700) ²⁾ | — | 50,00 |
| TBBS ³⁾ | 384 | 1,00 |
| Total | | 156,75 |

1) Un équivalent du produit de référence NIST 386 a été développé en Europe par Erichem Elastomeri SpA. Ce caoutchouc EST (European Standard Type) est un SBR de type 1500 pour lequel on a employé un émulsifiant acide à base de colophane et un stabilisant de teinte.

La consistance Mooney, déterminée conformément à l'ISO 289 [ML (1 + 4) at 100 °C], de ce caoutchouc de référence doit être comprise entre 48 et 52, de préférence entre 50 et 51, sa variation ne devant pas dépasser ± 1 unité consistométrique Mooney.

2) Si l'on utilise du noir de carbone d'un type de la série N 700, le nombre de parties en masse doit être de 80,00, ce qui fait un total des parties en masse de 186,75. Le noir de carbone doit être séché durant 30 min à 105 °C ou 125 °C et mis à refroidir dans un dessiccateur avant son utilisation.

3) *N-tert*-butylbenzothiazole-2-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 % (m/m). Ce produit doit être conservé à température ambiante dans un récipient fermé, et la teneur en matière insolubles dans l'éther ou dans l'éthanol doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 % (m/m), le produit doit être rejeté ou recristallisé.

i) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenant à la préparation des éprouvettes nécessaires, anneaux ISO et autres.

j) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, à une température normale (voir ISO 471).

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.

4 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 au bout d'une durée déterminée t_{st} , $t_c'(50)$ et $t_c'(90)$

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

| | |
|---|--|
| fréquence d'oscillations: | 1,7 Hz (100 cycles par minute) |
| amplitude d'oscillation: | $\pm 1,00^\circ \pm 0,03^\circ$ d'arc |
| sélectivité: | à choisir pour donner au moins 50 % de la déviation totale à M_H |
| température de la matrice: | $160^\circ\text{C} \pm 0,3^\circ\text{C}$ |
| durée de chauffage précédant l'oscillation: | nulle |

Si des matrices («macrodiés») sont utilisées, une durée de chauffage de 1 min précédant l'oscillation est nécessaire.

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

Vulcaniser les plaques à 145°C , en choisissant deux (ou de préférence trois) durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes: 25 min, 35 min, 50 min et 75 min, en fonction des caractéristiques du type de noir de carbone à examiner.

NOTE 2 On peut également vulcaniser les plaques à 150°C en choisissant deux (ou de préférence trois) durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes: 20 min, 25 min, 30 min, 35 min, et 50 min, en fonction des caractéristiques du type de noir de carbone à examiner. Ces conditions donneront des résultats différents de ceux obtenus avec les conditions normales de vulcanisation.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 72 h à une température normale (voir ISO 471).

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

6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;
- produits de référence utilisés et consistance Mooney du SBR;
- température et durées de vulcanisation utilisées dans l'article 5;
- 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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- date de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3257:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61ecc46c-c892-4f13-8d7e-f7ceeb33ec01/iso-3257-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3257:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61ecc46c-c892-4f13-8d7e-f7ceeb33ec01/iso-3257-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3257:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/61ecc46c-c892-4f13-8d7e-f7ceeb33ec01/iso-3257-1992>

CDU 678.046.2:620.1

Descripteurs: caoutchouc, caoutchouc butadiène-styrène, essai, essai de vulcanisation, estimation, noir de carbone, qualité.

Prix basé sur 3 pages
