
**Caoutchouc butadiène-styrène (SBR) —
Types polymérisés en émulsion et en
solution — Méthode d'évaluation**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Styrene-butadiene rubber (SBR) — Emulsion- and solution-polymerized
types — Evaluation procedures*

[ISO 2322:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6195ffb0-2b0e-463c-9532-7c0252b8d620/iso-2322-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6195ffb0-2b0e-463c-9532-7c0252b8d620/iso-2322-1996>



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 2322 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2322:1985), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A, B et C de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

Droit 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

Caoutchouc butadiène-styrène (SBR) — Types polymérisés en émulsion et en solution — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essais 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 styrène-butadiène (SBR) polymérisés en émulsion ou en solution, y compris les types étendus à l'huile. [ISO 2322:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6195fb0-2b0e-463c-9532-7c0252b8d620/iso-2322-1996)

Elle est applicable aux caoutchoucs énumérés dans le tableau 1 qui sont normalement utilisés sous forme vulcanisée.

Tableau 1 — Types de caoutchoucs styrène-butadiène bruts

Caoutchouc (étendu ou non étendu à l'huile)	Type de copolymère	Styrène	
		Teneur totale % (m/m)	Teneur en blocs % (m/m)
Série A			
1) SBR émulsion	statistique	< 50	0
2) SBR solution	statistique	< 50	0
3) SBR solution	en partie bloc	< 50	< 30
Série B			
1) SBR émulsion	statistique	> 50	0
2) SBR solution	statistique	> 50	0
3) SBR solution	en partie bloc	< 50	> 30

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 37:1994, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction.*

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres.*

ISO 248:1991, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 289-1:1994, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney.*

ISO 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai.*

ISO 1795:1992, *Caoutchouc brut, naturel et synthétique — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

ISO 2393:1994, *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.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 6502:—¹⁾, *Caoutchouc — Introduction et guide pour l'emploi des rhéomètres.*

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées.*

ISO 11235:—²⁾, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Accélérateurs du type sulfénamide — Méthodes d'essai.*

ASTM D 412-92, *Test methods for vulcanized rubber and thermoplastic rubbers and thermoplastic elastomers — Tension.*

ASTM D 1646-95a, *Test methods for rubber — Viscosity, stress relaxation, and pre-vulcanization characteristics (Mooney viscometer).*

ASTM D 2084-93, *Test method for rubber property — Vulcanization characteristics using oscillating disk cure meter.*

ASTM D 3185-88(1994), *Test methods for rubber — Evaluation of SBR (styrene-butadiene rubber) including mixtures with oil.*

3 Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure

3.1 Un échantillon pour laboratoire d'environ 1,5 kg doit être prélevé conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 1795.

3.2 La préparation des prises d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1795.

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Indice consistométrique Mooney

Déterminer l'indice consistométrique Mooney conformément à l'ISO 289-1, sur une prise d'essai préparée conformément à la méthode préconisée de l'ISO 1795 (sans passage sur outil à cylindres).

Exprimer le résultat en tant que ML(1 + 4) à 100 °C.

1) À publier. (Révision de l'ISO 6502:1991)

2) À publier.

NOTES

1 Si ML(1 + 4) à 100 °C est supérieur à 100 unités Mooney, le petit rotor peut être utilisé et le résultat exprimé en tant que MS(1 + 4) à 100 °C.

2 Le cas échéant, l'indice consistométrique Mooney peut être déterminé sur une prise d'essai préparée par la méthode avec passage sur outil à cylindres de l'ISO 1795. Cette méthode donnera une moins bonne reproductibilité et les résultats peuvent être différents.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à la méthode par mélangeage à chaud ou la méthode par étuvage prescrites dans l'ISO 248.

4.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A ou à la méthode B prescrites dans l'ISO 247:1990.

5 Préparation des mélanges d'essais

5.1 Formules d'essai normalisées

Les formules d'essai normalisées sont données dans le tableau 2.

Les ingrédients doivent être des produits de référence normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

Si l'on ne peut disposer d'un produit de référence, les parties concernées doivent se mettre d'accord sur les ingrédients à utiliser.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6195ffb0-2b0e-463c-9532-7c0252b8d620/iso-2322-1996>

Tableau 2 — Formules d'essai

Ingrédient	Nombre de parties en masse	
	Série A	Série B
Caoutchouc styrène-butadiène (SBR) (incluant l'huile dans les SBR étendus à l'huile)	100,00	—
SBR Type 1500 ¹⁾	—	65,00
SBR Série B	—	35,00
Soufre	1,75	1,75
Acide stéarique	1,00	1,00
Noir de carbone IRB (industry reference black) ²⁾	50,00	35,00
Oxyde de zinc	3,00	3,00
TBBS ³⁾	1,00	1,00
	156,75	141,75

1) SBR 1500 EST, distribué par Enichem Elastomeri, Strada 3, Palazzo B1, 20090 Assago, Milan, Italie, est un exemple de produit disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Séché pendant 1 h à 125 °C ± 3 °C.

3) *N-tert*-butylbenzothiazol-2-sulfénamide. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles, déterminée conformément à l'ISO 11235, inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à la température ambiante dans un récipient fermé, et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

5.2 Alternatives de formules pour les types étendus à l'huile

La norme ASTM D 3185 prescrit les formules d'essai du tableau 3, pour l'évaluation de SBR d'usage général, non chargés, étendus à l'huile, selon la teneur en huile du caoutchouc. Ces formules d'essai peuvent être utilisées comme une alternative aux formules d'essai du tableau 2.

Tableau 3 — Alternatives de formules d'essai pour les types étendus à l'huile

Formule n°	Nombre de parties en masse					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
Teneur en huile	25	37,5	50	62,5	75	$Y^1)$
Caoutchouc étendu à l'huile	125,00	137,50	150,00	162,50	175,00	100 + Y
Oxyde de zinc	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Soufre	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Acide stéarique	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Noir de carbone IRB (industry reference black) ²⁾	62,50	68,75	75,00	81,25	87,50	$(100 + Y)/2$
TBBS ³⁾	1,25	1,38	1,50	1,63	1,75	$(100 + Y)/100$
Masse du mélange/masse correspondant à la formule	194,50	213,38	232,25	251,13	270,00	
Mélangeur à cylindres	2,4	2,2	2,0	1,9	1,7	
Mélangeur interne miniature						
Rotors à cames	0,37	0,34	0,31	0,29	0,27	
Rotors type Banbury	0,328	0,298	0,273	0,252	0,234	

1) Y = nombre de parties d'huile en masse, pour 100 parties de polymère de base dans le caoutchouc étendu à l'huile.
2) Séché pendant 1 h à 125 °C ± 3 °C.
3) *N-tert*-butylbenzothiazol-2-sulfénamide. Ce produit doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matières insolubles, déterminée conformément à l'ISO 11235, inférieure à 0,3 %. Ce produit doit être conservé à la température ambiante dans un récipient fermé, et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les 6 mois. S'il arrive que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Appareillage et mode opératoire

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

Deux méthodes de mélangeage sont prescrites:

Méthode A — Mélangeage au mélangeur à cylindres

Méthode C — Mélangeage au mélangeur interne miniature

NOTE — Une méthode B — Préparation du mélange-maître en utilisant le mélangeur interne et du mélange final en utilisant le mélangeur à cylindres — est présentée dans l'annexe A donnée uniquement à titre d'information. Une pratique insuffisante de cette méthode et l'absence d'information sur la fidélité des résultats ne permettent pas de l'inclure comme partie intégrante de la présente Norme internationale.

5.3.2 Méthode A — Mélangeage au mélangeur à cylindre

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 (c'est-à-dire $4 \times 156,75 \text{ g} = 627 \text{ g}$ ou $4 \times 141,75 \text{ g} = 567 \text{ g}$). La température de la surface des cylindres doit être maintenue à $50 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$. Un bourrelet convenable de caoutchouc doit être maintenu entre les cylindres pendant le mélangeage. Si cela n'est pas obtenu avec les réglages d'écartement des cylindres prescrits ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires.

	Série A		Série B	
	Durée (min)	Durée cumulée (min)	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Les cylindres étant écartés de 1,1 mm, homogénéiser les caoutchoucs série B à 100 °C ± 5 °C.	—	—	1,0	—
b) Les cylindres étant écartés de 1,1 mm, former le manchon de caoutchouc et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon toutes les 30 s. Après avoir fait manchonner le SBR 1500, ajouter le caoutchouc [homogénéisé suivant 5.3.2 a)] et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon toutes les 30 s.	7,0	7,0	—	—
c) Ajouter le soufre lentement et régulièrement sur toute la longueur du bourrelet.	2,0	9,0	2,0	11,0
d) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	11,0	2,0	13,0
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 1,4 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.	12,0	23,0	12,0	25,0
f) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à 1,8 mm.	3,0	26,0	3,0	28,0
g) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.	2,0	28,0	2,0	30,0
h) 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.	2,0	30,0	2,0	32,0
i) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ en écartant les cylindres et en passant le mélange quatre fois entre les cylindres, le repliant sur lui-même à chaque fois. Déterminer la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever un échantillon suffisant pour l'essai au rhéomètre.				
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, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.				

5.3.3 Méthode C — Mélangeage au mélangeur interne miniature

Pour un mélangeur interne miniature ayant une capacité nominale de 64 cm³, une masse de mélange égale à 0,47 fois la masse correspondant à la formule (c'est-à-dire 0,47 × 156,75 g = 73,67 g) a été trouvée convenable pour les caoutchoucs de la série A alors que 0,49 fois la masse correspondant à la formule (c'est-à-dire 0,49 × 141,75 g = 69,46 g) a été trouvée convenable pour les caoutchoucs de la série B.

Mélanger avec la température du mélangeur interne miniature maintenue à 60 °C ± 3 °C et la vitesse des rotors sans charge de 6,3 rad/s à 6,6 rad/s (60 tr/min à 63 tr/min).

Préparer le caoutchouc en le passant une fois dans un mélangeur à cylindres dont la température est réglée à 50 °C ± 5 °C et l'écartement des cylindres à 0,5 mm. Couper la feuille en bandes d'une largeur de 25 mm environ.

NOTE — Les ingrédients de mélangeage autres que le caoutchouc, le noir de carbone, peuvent être introduits dans les mélanges faits au mélangeur interne miniature de façon plus précise et plus facilement s'ils sont préalablement mélangés ensemble dans les proportions requises par la formule. De tels mélanges durant 10 min dans un mélangeur biconique à barre tournante, ou en mélangeant au mixer durant cinq périodes de 3 s et en raclant les parois internes pour y enlever les morceaux de matériaux collés après chaque période de mélangeage de 3 s. Un Waring blender a paru convenir pour cette méthode. Attention: l'acide stéarique peut fondre si le temps de mélangeage dépasse 3 s et empêcher ainsi une bonne dispersion.

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston et laisser se faire la mastication du caoutchouc.	1,0	1,0
b) Relever le piston et introduire l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique et le TBBS prémélangés, en faisant attention de ne rien perdre. Puis, introduire le noir de carbone, nettoyer l'orifice d'entrée et abaisser le piston.	1,0	2,0
c) Laisser le mélange se faire.	7,0	9,0
d) Arrêter le moteur, relever le piston, enlever la chambre et décharger le mélange. Noter la température maximale du mélange. La température finale du mélange déchargé après 9 min de mélangeage ne doit pas dépasser 120 °C. Sinon, ajuster la masse du mélange ou la température du mélangeur pour que cette condition soit respectée.		
e) Faire passer le mélange une fois entre les cylindres d'un mélangeur externe, écartés de 0,5 mm et réglés à une température de 50 °C ± 5 °C, puis deux fois à un écartement de 3,0 mm.		
f) Déterminer la masse du mélange et la noter. Si celle-ci diffère de la valeur théorique de plus de 0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.		
g) Le cas échéant, découper une éprouvette pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation conformément à l'ISO 3417. Conditionner l'éprouvette durant 2 h à 24 h à 23 °C ± 3 °C avant la détermination.		
h) Le cas échéant, 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. Pour obtenir l'effet directionnel dû aux cylindres, faire passer le mélange préalablement plié quatre fois entre les cylindres d'un mélangeur externe réglés à une température de 50 °C ± 5 °C et à l'écartement approprié. Refroidir sur une surface sèche et plate.		
i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à une température et une humidité normales de laboratoire définies dans l'ISO 471.		

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

6.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L , M_H à un temps défini, t_{s1} , $t'_c(50)$ 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 Avec certains caoutchoucs, 75 % peut ne pas être atteint
température de la matrice:	160 °C ± 0,3 °C
durée de chauffage précédant l'oscillation:	nulle

6.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

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

conformément à l'ISO 6502, en utilisant les conditions d'essai suivantes:

fréquence d'oscillation:	1,7 Hz (100 cycles par minute)
amplitude d'oscillation:	0,5° d'arc
sélectivité:	à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à F_{\max} Avec certains caoutchoucs, 75 % peut ne pas être atteint
température de la matrice:	160 °C ± 0,3 °C
durée de chauffage précédant l'oscillation:	nulle

7 Évaluation des caractéristiques de contrainte/déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés

Vulcaniser les plaques à 145 °C, en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes: 15 min, 25 min, 35 min, 50 min et 75 min.

On peut également vulcaniser les plaques à 150 °C en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les suivantes: 10 min, 15 min, 20 min, 25 min, 30 min, 35 min et 50 min. Ces conditions donneront des résultats différents de ceux obtenus avec les conditions normalisées de vulcanisation recommandées.

Les trois durées de vulcanisation choisies doivent comprendre la sous-vulcanisation, la vulcanisation optimale et la survulcanisation du caoutchouc en essai.

ISO 2322:1996

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h à une température normale de laboratoire et, si possible, à une humidité normale définie dans l'ISO 471.

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

NOTE — La méthode C fournit une quantité de mélange ne permettant l'évaluation des caractéristiques de contrainte/déformation en traction que sur une plaque vulcanisée.

8 Fidélité

8.1 Méthode A — Mélangeage au mélangeur à cylindres

8.1.1 Généralités

La détermination de la fidélité, exprimée par les limites de répétabilité et de reproductibilité, a été effectuée conformément à l'ISO/TR 9272. S'y reporter pour les notions de fidélité et pour la nomenclature. L'annexe B constitue un guide pour l'utilisation de la répétabilité et de la reproductibilité.

8.1.2 Détails sur la détermination de la fidélité

8.1.2.1 Un programme d'essais interlaboratoires (ITP) a été organisé en 1986. Deux formules ont été choisies pour des SBR de la série A:

A-1 à base d'un SBR de type 1712, étendu à l'huile, et

A-2 à base d'un SBR de type 1500, non étendu à l'huile.

Une formule a été choisie pour un SBR de la série B:

A-3 à base d'un SBR à haute teneur en styrène.

Les mélanges correspondants ont été préparés à deux reprises et à environ une semaine d'intervalle, dans chacun des 13 laboratoires participant aux essais. Les mélanges ont été préparés à l'aide d'échantillons de tous les produits nécessaires, spécialement fournis à chaque laboratoire avant les essais. Pour chaque produit, les échantillons ont été prélevés sur des lots uniformes et homogènes. Les essais de contrainte-déformation en traction ont été effectués sur les plaques vulcanisées de chaque mélange comme prescrit dans le programme d'essai.

8.1.2.2 Le module (contrainte pour un allongement de 300 %), la résistance à la traction et l'allongement pour cent à la rupture ont été déterminés sur des éprouvettes haltères conformément à l'ISO 37, en prenant comme résultat d'essai la médiane de cinq déterminations individuelles. La fidélité ainsi déterminée est une fidélité de type 2, et la répétabilité et la reproductibilité ont été estimées sur une période de temps de quelques jours.

Voir, dans l'annexe C, des considérations sur les résultats de détermination de la fidélité.

8.1.3 Résultats de fidélité

Les résultats de fidélité sont donnés dans le tableau 4. Les symboles utilisés dans le tableau 4 sont définis comme suit:

r = répétabilité, en unités de mesure. C'est la valeur au-dessous de laquelle la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essais, au sein d'un même laboratoire, est supposée demeurer avec une probabilité prescrite.

(r) = répétabilité, en pour cent (relative).

Les deux résultats d'essais sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essai nominale-ment identiques et dans les mêmes conditions (même opérateur, appareil et laboratoire) et durant une période de temps prescrite; en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %.

R = reproductibilité, en unités de mesure. C'est la valeur au-dessous de laquelle la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essais, entre laboratoires, est supposée demeurer avec une probabilité prescrite.

(R) = reproductibilité, en pour cent (relative).

Les deux résultats d'essais sont obtenus avec la même méthode sur des matériaux d'essai nominale-ment identiques mais dans des conditions différentes (opérateurs, appareils et laboratoires différents) et durant une période de temps prescrite; en l'absence d'autres indications, la probabilité est de 95 %.

Tableau 4 — Fidélité de type 2 pour l'essai de traction après mélangeage au mélangeur à cylindres

Mélange ou matériau	Valeur moyenne	Au sein d'un laboratoire		Entre laboratoires	
		r	(r)	R	(R)
Module (300 %), MPa					
SBR A-2	12,3	1,62	13,1	3,83	31,1
SBR A-1	14,6	1,80	12,3	3,86	26,5
SBR A-3	16,0	2,36	14,8	6,12	38,2
Résistance à la rupture, MPa					
SBR A-2	20,3	2,05	10,1	3,09	15,2
SBR A-3	23,4	4,70	20,1	4,70	20,1
SBR A-1	25,5	2,50	9,79	3,60	14,1
Allongement pour cent					
SBR A-3	434	52,0	11,9	200	46,2
SBR A-2	481	56,6	11,8	103	21,5
SBR A-1	481	51,6	10,7	66,2	13,8

8.2 Méthode C — Mélangeage au mélangeur interne miniature

8.2.1 Généralités

Les résultats de fidélité concernant la méthode de mélangeage à l'aide d'un mélangeur interne miniature pour la détermination de l'indice consistométrique Mooney, des caractéristiques de vulcanisation et des propriétés de contrainte-déformation en traction des mélanges vulcanisés ont été repris de la norme ASTM D 3185. Les références aux normes ASTM ont été remplacées par des références aux normes ISO correspondantes. Ces clauses de fidélité ont été établies conformément à l'ISO 5725-1 et l'ISO 5725-2.

8.2.2 Détails sur la détermination de la fidélité

8.2.2.1 La fidélité de type 2 de ces méthodes d'essais a été déterminée par un programme d'essais interlaboratoires portant sur deux caoutchoucs, type 1712 et type 1502. Sept laboratoires ont procédé au mélangeage de chaque caoutchouc avec la méthode au mélangeur interne miniature sur une période de temps de 2 jours pour chacun, puis les ont soumis aux essais.

8.2.2.2 Le tableau 5 donne les résultats de fidélité de base de type 2 obtenus par le programme interlaboratoire. Les essais au rhéomètre ont été effectués conformément à l'ISO 3417. Dans la terminologie de l'ISO 5725, la fidélité de type 2 inclut, en tant que composantes de variation, les opérations de mélangeage et de vulcanisation effectuées dans chaque laboratoire.

8.2.2.3 Le résultat d'essai obtenu à l'aide du rhéomètre (ISO 3417) est une mesure au rhéomètre.

8.2.2.4 Le résultat d'essai de traction (ISO 37) est la médiane des résultats obtenus sur trois éprouvettes haltères.

8.2.2.5 Le résultat d'essai obtenu avec le viscosimètre Mooney (ISO 289-1) est une mesure au viscosimètre.

8.2.2.6 Pour des indications sur l'utilisation des résultats de fidélité, voir annexe B.

8.2.3 Résultats de fidélité

Les résultats de fidélité sont donnés dans le tableau 5.

Pour les définitions des symboles utilisés, voir 8.1.3 et

s_r = écart-type intralaboratoire

s_R = écart-type interlaboratoire

Tableau 5 — Fidélité de type 2 après mélangeage au mélangeur interne miniature

Propriété	Unité	Étendue des valeurs	Intralaboratoire			Interlaboratoire		
			s_r	r	$(r)^{1)}$	s_R	R	$(R)^{1)}$
Estimations de fidélité pour la méthode d'essai ISO 3417:1991 à 160 °C, 1,7 Hz et 1° d'amplitude								
M_L	dN·m	9,7 à 9,8	0,21	0,594	6,1	0,52	1,47	15,2
M_H	dN·m	32,5 à 43,8	0,77	2,18	5,7	2,21	6,25	16,4
t_{s1}	min	3,5 à 4,9	0,13	0,368	8,8	0,67	1,90	45,2
$i'(50)$	min	8,2 à 8,3	0,20	0,566	6,9	0,74	2,09	25,3
$i'(90)$	min	13,6 à 16,4	0,48	1,36	9,1	1,12	3,17	21,1
Estimations de fidélité pour la méthode d'essai ISO 37:1994 à 145 °C durant 35 min								
Module (300 %)	MPa	8,7 à 13,8	0,62	1,75	15,6	1,55	4,39	39,0
Résistance à la rupture	MPa	21,9 à 25,9	0,83	2,35	9,8	1,40	3,96	16,6
Allongement pour cent	%	504 à 599	16,2	45,8	8,3	67,7	191,0	34,7
Estimation de fidélité pour la méthode d'essai ISO 289-1:1994								
ML (1 + 4) à 100 °C		63,8 à 70,3	1,51	4,27	6,4	6,61	18,7	27,9

1) Le point milieu d'une étendue de valeurs a été utilisé pour calculer (r) et (R) .