

NORME INTERNATIONALE

ISO
2393

Deuxième édition
1994-06-15

Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire

(<https://standards.iteh.ai>)

*Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment
and procedures*

ISO 2393:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0801ba51-969e-4d3e-ab24-42c05aa2a822/iso-2393-1994>



Numéro de référence
ISO 2393:1994(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 2393 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2393:1973), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Mélanges d'essais à base de caoutchouc — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit l'appareillage et les modes opératoires pour la préparation, le mélangeage et la vulcanisation des mélanges d'essais, dans le cadre des méthodes d'évaluation des caoutchoucs.

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

ISO 471:—¹⁾, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai.*

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

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 masse d'un mélange correspondant à sa formule: Somme des masses, en grammes, de tous les constituants d'une formule, dans laquelle la masse du caoutchouc ou du caoutchouc étendu à l'huile est fixée à 100 g, ou selon les prescriptions de la méthode d'évaluation concernée.

3.2 masse d'un mélange: Masse d'un mélange d'essai préparé lors d'une opération de mélangeage.

3.3 volume utile total: Volume de la cuve de mélangeage, les rotors étant en place.

3.4 capacité nominale d'un mélangeur: La partie du volume utile total qui est effectivement utilisée pour le mélangeage; une valeur de 0,75 fois le volume libre total est couramment admise pour des mélangeurs à rotors tangentiels.

4 Ingrédients de mélange

Les ingrédients de mélange nécessaires pour les diverses formules normalisées d'essai doivent être conformes à des normes nationales ou internationales, comme prescrit dans la méthode d'évaluation particulière au caoutchouc concerné.

1) À publier. (Révision de l'ISO 471:1983 et de l'ISO 1826:1981)

5 Préparation des matériaux

5.1 Masses des mélanges

5.1.1 La masse normalisée, en grammes, d'un mélange préparé sur malaxeur à cylindres de laboratoire doit être égale à quatre fois la masse correspondant à la formule, sauf prescription contraire dans la méthode d'évaluation particulière au caoutchouc concerné.

NOTE 1 Certains pays utilisent des masses moins importantes, ce qui peut donner des résultats différents.

5.1.2 La masse normalisée, en grammes, d'un mélange préparé en mélangeur interne doit être égale à la capacité nominale, en centimètres cubes, du mélangeur multipliée par la masse volumique du mélange.

5.1.3 La masse normalisée, en grammes, d'un mélange préparé en mélangeur interne miniature doit être égale à la capacité nominale, en centimètres cubes, du mélangeur multipliée par la masse volumique du mélange.

5.2 Tolérances de pesage

5.2.1 Le caoutchouc et le noir de carbone doivent être pesés avec une précision de 1 g, l'huile avec une précision de 1 g ou de $\pm 1\%$, selon ce qui est le plus précis, les agents de vulcanisation et les accélérateurs avec une précision de 0,02 g, l'oxyde de zinc et l'acide stéarique avec une précision de 0,1 g. Tous les autres ingrédients doivent être pesés avec une précision de $\pm 1\%$.

5.2.2 Pour les mélanges sur malaxeur interne miniature, le caoutchouc et le noir de carbone doivent être pesés avec une précision de 0,1 g, l'huile avec une précision de 0,1 g ou de $\pm 1\%$, selon ce qui est le plus précis, le soufre et l'accélérateur avec une précision de 0,002 g, l'oxyde de zinc et l'acide stéarique avec une précision de 0,01 g. Tous les autres ingrédients doivent être pesés avec une précision de $\pm 1\%$.

5.3 Conditionnement du noir de carbone

5.3.1 Sauf prescription contraire, le noir de carbone doit être conditionné, avant pesage, par chauffage dans une étuve à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ durant 2 h, placé dans un récipient ouvert de dimensions convenables, de façon que l'épaisseur de la couche de noir ne soit pas supérieure à 10 mm. Le noir ainsi conditionné doit

être stocké dans un récipient fermé étanche, jusqu'à son utilisation.

Le noir de carbone peut également être conditionné par chauffage dans une étuve à $125\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ durant 1 h. Le noir de carbone conditionné ainsi peut ne pas donner les mêmes résultats que celui conditionné à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

La température de conditionnement utilisée doit être consignée dans le rapport d'essai.

6 Matériel de mélangeage

6.1 Mélangeur à cylindres

Les caractéristiques d'un mélangeur normalisé de laboratoire sont les suivantes:

| | |
|--|--|
| Diamètre du cylindre (diamètre extérieur), mm | 150 à 155 |
| Longueur du cylindre (entre les guides), mm | 250 à 280 |
| Vitesse du cylindre avant (lent), tr/min | 24 ± 1 |
| Rapport de vitesse des cylindres (de préférence) | 1:1,4 |
| Écartement entre les cylindres (réglable), mm | 0,2 à 8,0 |
| Tolérance de température, °C | ± 5 (sauf prescription contraire) |

AVERTISSEMENT — Il est recommandé de munir le mélangeur de dispositifs de sécurité destinés à éviter les accidents, en conformité avec la réglementation nationale.

NOTES

2 Si des mélangeurs d'autres dimensions sont utilisés, des modifications des masses et de la durée de malaxage peuvent être nécessaires, afin d'obtenir des résultats comparables.

3 Si le rapport de vitesses des cylindres est différent de 1:1,4, des modifications dans la méthode de malaxage peuvent être nécessaires, afin d'obtenir des résultats comparables.

L'écartement des cylindres doit être déterminé à l'aide de deux cales en plomb d'une largeur de $10\text{ mm} \pm 3\text{ mm}$, d'une longueur d'au moins 50 mm et d'une épaisseur supérieure de 0,25 mm à 0,50 mm à l'écartement à mesurer. Les cales en plomb doivent être introduites à chaque extrémité des cylindres, à environ 25 mm des guides, pendant que l'on fait passer dans la partie médiane de l'espace

entre les cylindres un morceau de caoutchouc malaxé, d'une viscosité Mooney (ML 1 + 4 à 100 °C), déterminée conformément à l'ISO 289-1, supérieure à 50 et mesurant environ 75 mm × 75 mm × 6 mm. Les cylindres doivent être à la température prescrite pendant le malaxage. Après passage entre les cylindres, l'épaisseur des cales de plomb doit être mesurée en trois points différents au moyen d'un micromètre avec une précision de $\pm 0,01$ mm. La tolérance sur l'écartement des cylindres doit être de ± 10 % ou $\pm 0,05$ mm, en prenant la plus grande de ces deux valeurs.

Les cylindres doivent être équipés pour permettre une circulation de fluides de chauffage ou de refroidissement.

6.2 Mélangeur interne

6.2.1 On peut diviser les mélangeurs internes en deux types fondamentaux: ceux munis de rotors tangentiels et ceux munis de rotors se chevauchant. Pour le type à rotors tangentiels, les zones de contraintes et de déformations élevées se situent entre les extrémités du rotor et la paroi de la cuve. Les rotors fonctionnent également à des vitesses différentes, ce qui aide l'action de pompage et de distribution du mélangeur.

Dans le cas des mélangeurs à rotors se chevauchant, les rotors tournent à la même vitesse, mais la conception des bossages des rotors ainsi que le chevauchement des rotors créent un rapport de friction. La zone de contraintes et de déformations élevées se situe entre les rotors.

6.2.2 La présente Norme internationale décrit trois types de mélangeurs internes de laboratoire. Les types A₁ et A₂ sont du type tangentiel et le type B est du type à chevauchement. On peut utiliser des mélangeurs internes autres que ceux prescrits. En règle générale, des types différents de mélangeurs internes ne donnent pas les mêmes propriétés dans le mélange final. On peut y remédier par une modification de la procédure de mélangeage. Pour des besoins d'arbitrage en particulier, ces modifications doivent être mises au point et acceptées par les parties intéressées.

AVERTISSEMENT — Il est recommandé de munir les mélangeurs internes d'un système d'évacuation des fumées et de dispositifs de sécurité destinés à éviter les accidents, en conformité avec la réglementation nationale.

6.2.3 Les dimensions des trois types de mélangeurs internes de laboratoire sont indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Types de mélangeurs internes de laboratoire

| Caractéristique du mélangeur | Type A ₁ (rotors tangentiels) | Type A ₂ | Type B (rotors se chevauchant) |
|---|---|---------------------|---|
| Capacité nominale de mélangeage (cm ³) | 1 170 ± 40 | 2 000 | 1 000 |
| Vitesse du rotor rapide (tr/min) | 77 ± 10 110 ± 10 | 40 ± 10 | 55 |
| Rapport de friction des rotors | 1 125:1 | 1,2:1 | 1:1 |
| Écartement du rotor (mm) | | | |
| neuf | 2,38 ± 0,13 | 4,0 ± 1,0 | 2,45 à 2,50 |
| usé | 3,70 | | 5,0 |
| Énergie [kW/(tr·min ⁻¹)] | 0,13 (rotor rapide) | | 0,227 |
| Pression du piston sur le mélange (MPa) | 0,5 à 0,8 (ou comme prescrit dans la norme particulière) | 0,5 à 0,8 | 0,3 (ou comme prescrit dans la norme particulière) |
| NOTE — Le type A ₁ est couramment utilisé. | | | |

6.2.4 Tous les mélangeurs internes doivent être munis d'un système permettant de mesurer et de visualiser et/ou d'enregistrer la température du mélange pendant le malaxage à 1 °C près.

NOTE 4 La température réelle du mélange dépasse en général les températures indiquées d'une quantité qui dépend des conditions de malaxage utilisées et de l'emplacement de la sonde de mesure.

6.2.5 Tous les mélangeurs internes doivent être munis d'un chronomètre qui indique le temps de malaxage avec une précision de ± 5 s.

6.2.6 Tous les mélangeurs internes doivent être munis d'un système indiquant ou enregistrant la puissance électrique consommée ou le couple.

6.2.7 Tous les mélangeurs internes doivent être munis d'un système efficace de chauffage et de refroidissement permettant de réguler les températures de surface des rotors et des parois de la cuve de mélangeage.

6.2.8 Tous les mélangeurs internes doivent être fermés pendant le malaxage à l'aide d'un piston afin de maintenir le mélange dans la cuve de mélangeage.

6.2.9 Lorsque les écartements dépassent les valeurs indiquées dans le tableau 1, une remise en état devient nécessaire puisque la qualité du mélangeage peut être dégradée. Cette augmentation de l'écartement du rotor peut être considérée comme équivalente à une augmentation d'environ 10 % de la capacité nominale du mélangeur.

6.2.10 Un mélangeur, du type décrit en 6.1, doit être prévu pour homogénéiser les mélanges.

6.3 Mélangeur interne miniature

Les dimensions du mélangeur interne miniature préconisé sont les suivantes:

| Type | À rotors non chevau-chants |
|---|--|
| Capacité nominale de mélange (cm ³) | 64 ± 1 |
| Vitesse du rotor (tr/min) | 60 ⁺³ / ₀ (rotor rapide) |
| Rapport de friction des rotors | 1,5:1 |

NOTE 5 Le mélangeur interne miniature produit une quantité de mélange permettant seulement d'effectuer l'essai avec un rhéomètre et de confectionner une feuille vulcanisée d'environ 150 mm x 75 mm x 2 mm.

6.3.1 Le mélangeur interne miniature doit être muni d'un système permettant de mesurer et d'indiquer ou d'enregistrer la température du mélange pendant le mélangeage à 1 °C près.

NOTE 6 La température réelle du mélange dépasse en général les températures indiquées d'une quantité qui dépend des conditions de malaxage utilisées.

6.3.2 Il faut utiliser un chronomètre qui donne le temps de mélange avec une précision de ± 5 s.

6.3.3 Le mélangeur interne miniature doit être muni d'un système indiquant ou enregistrant la puissance électrique consommée ou le couple.

6.3.4 Le mélangeur interne miniature doit être muni d'un système efficace de chauffage et de refroidissement permettant de réguler la température des parois de la cuve de mélangeage.

6.3.5 Le mélangeur interne miniature doit être fermé pendant le malaxage à l'aide d'un piston ou d'un levier afin de maintenir le mélange dans la cuve de mélangeage.

7 Méthodes de mélangeage

7.1 Méthode de mélangeage sur mélangeur à cylindres

7.1.1 Les mélanges doivent être effectués en faisant mancher le caoutchouc sur le cylindre avant, sauf prescription contraire dans la Norme internationale particulière au caoutchouc concerné.

7.1.2 La température au milieu de la surface de chaque cylindre doit être mesurée pendant le mélangeage, soit continuellement sur un enregistreur, soit fréquemment à l'aide d'un appareil manuel (ayant une précision d'au moins ± 1 °C), afin de maintenir la température désirée. Le mélange peut être momentanément retiré du mélangeur afin de pouvoir mesurer la température à la surface du cylindre avant.

7.1.3 Chaque fois que des coupes aux 3/4 sont spécifiées, le mélange doit être coupé aux 3/4 de la largeur qu'il occupe sur le cylindre et le couteau doit être maintenu dans la position de coupe jusqu'à ce que le bourrelet disparaisse du côté incisé.

7.1.4 Les ingrédients du mélange doivent être parsemés sur la totalité de la longueur du cylindre. Le mélange ne doit pas être coupé lorsque des produits pulvérulents sont encore apparents sur le bourrelet ou à la surface du manchon. Les ingrédients de mélange tombant à travers les cylindres doivent être soigneusement récupérés et réintroduits sur le mélange.

7.1.5 Chaque fois que des coupes aux 3/4 de chaque côté sont spécifiées, des coupes successives aux 3/4 doivent être faites alternativement d'un côté et de l'autre, en laissant 20 s entre les coupes, sauf prescription contraire dans la Norme internationale particulière au caoutchouc concerné.

7.1.6 La masse du mélange obtenu ne doit pas différer de la somme des masses prescrites pour le caoutchouc et tous les autres ingrédients de plus de + 0,5 % ou - 1,5 %.

7.1.7 Le mélange doit être refroidi à la température ambiante sur une surface métallique plane, propre et sèche. Il est recommandé d'envelopper les mélanges refroidis dans une feuille d'aluminium ou d'un autre matériau approprié afin d'empêcher la contamination par d'autres mélanges. Le mélange peut aussi être refroidi dans l'eau, mais les résultats obtenus peuvent être différents.