
**Caoutchouc naturel (NR) — Méthode
d'évaluation**

Natural rubber (NR) — Evaluation procedure

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1658:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6df68e4d-5d8e-4d21-945f-49acf05d47dd/iso-1658-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1658:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6df68e4d-5d8e-4d21-945f-49acf05d47dd/iso-1658-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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 méthodes préparatoires ultérieures	2
5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5.1 Indice consistométrique Mooney	2
5.2 Teneur en matières volatiles	2
5.3 Autres spécifications relatives aux exigences	2
6 Préparation du mélange d'essai	2
6.1 Généralités	2
6.2 Formules d'essai normales	2
6.3 Mode opératoire	3
6.3.1 Appareillage et mode opératoire	3
6.3.2 Mode opératoire de mélangeage sur cylindres pour les formules (1) et 2 (mélanges pure gomme)	3
6.3.3 Mode opératoire de mélangeage pour les Formules (1) et 2 (mélanges pure gomme) utilisant des mélanges maîtres	4
6.3.4 Mode opératoire de mélangeage pour la Formule (3) (mélange chargé de noir)	4
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre	8
7.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant	8
7.2 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 Déclaration de fidélité	9
10 Rapport d'essai	9
Annexe A (normative) Mode opératoire de préparation des mélanges de gommages à partir de mélanges maîtres	11
Annexe B (informative) Déclaration de fidélité pour le mélangeur à cylindres et le mélangeur interne	13
Bibliographie	19

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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 1658:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- en [6.3.4.1.2](#), modification de l'ordre du processus de mélangeage et réduction de la masse du lot;
- en [A.3](#), ajout de la définition de la température conformément à l'ISO 23529.

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 naturel (NR) — Méthode d'évaluation

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie

- les essais physiques et chimiques sur caoutchoucs naturels crus, et
- les matériaux de référence, les formules de référence, l'appareillage et les méthodes de mise en œuvre pour évaluer les caractéristiques de vulcanisation du caoutchouc naturel (NR).

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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 248-1, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*

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 2000:2020, *Caoutchouc naturel brut — Lignes directrices pour la spécification de caoutchoucs spécifiés techniquement (TSR)*

ISO 2007, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la plasticité — Méthode au plastomètre rapide*

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

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*

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

4 Échantillonnage et méthodes préparatoires ultérieures

4.1 Un échantillon pour laboratoire d'une masse d'environ 1,5 kg doit être préparé par la méthode décrite dans l'ISO 1795.

4.2 Le caoutchouc doit être homogénéisé conformément à l'ISO 1795.

4.3 La préparation des échantillons doit être conforme à l'ISO 1795.

5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

5.1 Indice consistométrique Mooney

Déterminer l'indice consistométrique Mooney conformément à l'ISO 289-1 sur un échantillon préparé selon 4.3. Enregistrer le résultat sous la forme ML(1+4) à 100 °C.

5.2 Teneur en matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles par la méthode à l'étuve spécifiée dans l'ISO 248-1 sur un échantillon préparé comme indiqué au 4.3.

5.3 Autres spécifications relatives aux exigences

Toute valeur spécifique concernant des propriétés physiques et chimiques autres que celles ci-dessus (5.1 et 5.2) doit être fondée sur les qualités données dans l'ISO 2000:2020, Tableau 2.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6df68e4d-5d8e-4d21-945f-49acf05d47dd/iso-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6df68e4d-5d8e-4d21-945f-49acf05d47dd/iso-1658-2022)

6 Préparation du mélange d'essai

1658-2022

6.1 Généralités

Les formules et méthodes de mélangeage normales suivantes sont recommandées:

- deux formules «pure gomme» pour les essais comparatifs des caractéristiques de vulcanisation du caoutchouc naturel pour utilisation dans les mélanges sans noir;
- une formule avec noir de carbone pour les essais comparatifs de caoutchouc naturel pour utilisation dans les mélanges avec noir;
- un mélangeage sur cylindres comprenant les mélanges-mâtres pour deux formules «pure gomme»;
- un mélangeage sur cylindres et un mélangeage en mélangeur interne de laboratoire (LIM) pour une formule avec noir de carbone.

NOTE La formule avec noir de carbone [Formula (3) dans le [Tableau 1](#)] peut être également utilisée pour les essais comparatifs des caoutchoucs isoprène (IR).

6.2 Formules d'essai normales

Les formules d'essai normales sont données dans le [Tableau 1](#).

Les ingrédients doivent être des matériaux de référence normaux nationaux ou internationaux.

Tableau 1 — Formules d'essai normales

Ingrédient	Nombre de parties en masse		
	Formule (1) ACS 1	Formule (2) TBBS 1	Formule (3) au noir
Caoutchouc naturel	100,00	100,00	100,00
Oxyde de zinc	6,00	6,00	5,00
Soufre	3,50	3,50	2,25
Acide stéarique	0,50	0,50	2,00
Noir de référence industriel (IRB) ^a	—	—	35,00
MBT ^b	0,50	—	—
TBBS ^c	—	0,70	0,70
Total	110,50	110,70	144,95

^a L'IRB en vigueur doit être utilisé.

^b 2-Mercaptobenzothiazole.

^c N-tert-butyl-2-benzothiazole-sulfénamide. Il doit être fourni sous forme de poudre ayant une teneur initiale en matière insoluble dans l'éther ou l'éthanol inférieure à 0,3 % (en masse). Le matériau doit être conservé à température ambiante dans un récipient fermé et le niveau de matière insoluble dans l'éther ou l'éthanol doit être vérifié tous les 6 mois. Si ce niveau dépasse 0,75 % (en masse), le matériau doit être mis au rebut ou recristallisé.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 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.

6.3.2 Mode opératoire de mélangeage sur cylindres pour les formules (1) et 2 (mélanges pure gomme)

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 de la formule [c'est-à-dire $110,5 \text{ g} \times 4 = 442 \text{ g}$, pour la Formule (1)]. Maintenir la température de surface des cylindres à $70 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ et un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres 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.

	Durée (min)
a) Passer la gomme deux fois entre les cylindres sans manchonner, avec l'ouverture du mélangeur à cylindres réglée à 0,2 mm.	—
b) Manchonner la gomme avec l'ouverture du mélangeur à cylindres réglée à 1,4 mm. Lorsqu'un manchon lisse est obtenu, régler l'ouverture du mélangeur à 1,8 mm.	4
c) Ajouter l'oxyde de zinc, l'acide stéarique, le soufre et le MBT ou le TBBS.	4
d) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté.	3
e) 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 ou l'autre des bouts, alternativement.	2

Durée totale	13

- f) Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de + 0,5 % ou – 1,5 %, mettre le mélange au rebut et recommencer le mélangeage.
- g) Prélever suffisamment de mélange pour effectuer les essais au rhéomètre et, si demandé, pour déterminer l'indice consistométrique Mooney du mélange non vulcanisé conformément à l'ISO 289-1. Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 2,2 mm pour préparer les éprouvettes ou de l'épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneau.
- h) Conditionner le mélange pendant 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible à température et humidité normales telles que définies dans l'ISO 23529.

6.3.3 Mode opératoire de mélangeage pour les Formules (1) et 2 (mélanges pure gomme) utilisant des mélanges maîtres

Des ingrédients tels que les accélérateurs, le soufre ou les charges peuvent être incorporés au caoutchouc sous forme de mélanges maîtres. Cette technique améliore la précision de l'incorporation des ingrédients et est aussi plus pratique.

Le mode opératoire de préparation des mélanges maîtres et des mélanges d'essai pour les mélanges pure gomme doit être tel que donné dans l'[Annexe A](#).

6.3.4 Mode opératoire de mélangeage pour la Formule (3) (mélange chargé de noir)

6.3.4.1 Mélangeage sur cylindres

6.3.4.1.1 Mesure de l'indice de plasticité rapide

Engager la gomme sur le mélangeur avec une ouverture réglée à 0,5 mm. Mastiquer jusqu'à obtention d'un manchon lisse et d'un bourrelet tournant.

Après mastication, déterminer l'indice de plasticité rapide conformément à l'ISO 2007. L'indice de plasticité rapide ne doit pas dépasser 45, ce qui équivaut approximativement à un indice consistométrique Mooney, déterminé conformément à l'ISO 289-1, d'environ 70.

6.3.4.1.2 Mélangeage

La masse normale d'un mélange préparé sur un mélangeur de laboratoire, en grammes, doit être deux fois la masse du mélange correspondant à la formule [c'est-à-dire $144,95 \text{ g} \times 2 = 289,9 \text{ g}$, pour la Formule (3)]. Maintenir la température de surface des cylindres du mélangeur à $70 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ et un bourrelet tournant correct au niveau de l'écartement des cylindres lors du mélangeage. Si l'on n'y parvient pas avec les réglages spécifiés ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires au niveau des ouvertures du mélangeur.

	Durée (min)
a) Manchonner la gomme avec l'ouverture du mélangeur à cylindres réglée à 1,4 mm.	1
b) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	1
c) Ajouter l'oxyde de zinc. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté.	2
d) Ajouter le noir de carbone régulièrement et uniformément le long du mélangeur. Après avoir incorporé la moitié du noir, ouvrir le mélangeur à 1,9 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. Ajouter ensuite le reste du noir de carbone. Après avoir incorporé tout le noir, faire une coupe aux 3/4 de chaque côté. Veiller à ajouter tout le noir tombé dans le bac du mélangeur.	10

- | | |
|---|------------|
| e) Ajouter le TBBS et le soufre. Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté. | 3 |
| f) Couper le mélange et le retirer du mélangeur. Régler l'ouverture du mélangeur à 0,8 mm et passer le mélange roulé dans le sens de la longueur six fois entre les cylindres | 3
----- |
| Durée totale | |
| 20 | |
- g) Vérifier la masse du mélange. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, mettre le mélange au rebut et recommencer le mélangeage.
- h) Prélever suffisamment de mélange pour effectuer les essais au rhéomètre et, si demandé, pour déterminer l'indice consistométrique Mooney du mélange non vulcanisé conformément à l'ISO 289-1. Tirer le mélange en feuille à une épaisseur d'environ 2,2 mm pour préparer les éprouvettes ou de l'épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneau.
- i) Conditionner le mélange pendant 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible, à température et humidité normales telles que définies dans l'ISO 23529.

6.3.4.2 Mélangeage sur mélangeur interne de laboratoire (LIM)

6.3.4.2.1 Généralités

Pour un mélangeur interne de laboratoire ayant une capacité nominale de mélangeage comprise entre 65 cm³ et 2 000 cm³ environ la masse d'un mélange doit être égale à la capacité nominale du mélangeur, en centimètres cubes, multipliée par la masse volumique du mélange, en grammes par centimètre cube. Cela signifie que, lorsque le mélangeur interne de laboratoire a une capacité nominale de mélangeage de 750 cm³, la masse du mélange pour la Formule (3) est de 750 × 1,103 g (= 827,25 g).

Pour chaque mélange préparé durant la préparation d'une série de mélanges identiques, les conditions du mélangeur interne de laboratoire doivent être les mêmes. Au début de chaque série de mélanges d'essai, un premier mélange, de même formule que les mélanges soumis à essai, doit être confectionné pour mettre le mélangeur en conditions. Le mélangeur interne de laboratoire doit pouvoir refroidir jusqu'à 60 °C entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. La régulation de la température ne doit pas être modifiée pendant la réalisation d'une série de mélanges d'essai.

6.3.4.2.2 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 °C. Si nécessaire, ajuster la masse du mélange ou la température de la tête du mélangeur afin que cette condition soit remplie.

NOTE 1 Les conditions de mélangeage données dans le [Tableau B.5](#) pour chaque taille de mélangeur interne de laboratoire peuvent être utiles.

NOTE 2 Des ingrédients autres que la gomme, le noir de carbone et l'huile peuvent être ajoutés au mélangeur interne de laboratoire 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, toutes les 3 s, les matériaux adhérant aux parois. Il s'est avéré qu'un mixeur Waring™¹⁾ convenait pour cette méthode. Attention: s'il est mélangé pendant plus de 3 s, l'acide stéarique peut fondre et empêcher une bonne dispersion.

1) Waring™ est un 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 l'emploi du produit ainsi désigné.

Un exemple de mode opératoire de mélangeage en mélangeur interne de laboratoire est donné aux points a) à i) ci-après.

	Durée (min)	Durée cumu- lée (min)
a) Charger la gomme, abaisser le piston et laisser la mastication de la gomme 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 le mélangeur réglé à 70 °C ± 5 °C, une fois avec une ouverture de 0,5 mm, puis deux fois avec une ouverture de 3,0 mm.		
f) Déterminer et noter la masse du mélange. Si elle diffère de la valeur théorique de plus de + 0,5 % ou - 1,5 %, mettre le mélange au rebut et recommencer le mélangeage.		
g) Si demandé, couper une éprouvette pour vérifier les caractéristiques de vulcanisation conformément à l'ISO 6502-2 ou l'ISO 6502-3. Avant les essais, conditionner l'éprouvette pendant 2 h à 24 h, si possible, à température et humidité normales (telles que définies dans l'ISO 23529).		
h) Si demandé, tirer le mélange en feuille à une épaisseur d'environ 2,2 mm pour préparer les éprouvettes ou de l'épaisseur appropriée pour préparer les éprouvettes ISO en forme d'anneau conformément à l'ISO 37. Pour obtenir un effet de sens calandrage, passer quatre fois le mélange entre les cylindres du mélangeur, réglé à 70 °C ± 5 °C et avec une ouverture appropriée. Refroidir sur une surface plane et sèche.		
i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h après mélangeage et avant vulcanisation, si possible, à la température et à l'humidité normales définies dans l'ISO 23529.		

6.3.4.2.3 Mélangeage en deux étapes incluant le mélangeur pour mélangeage final

6.3.4.2.3.1 Généralités

Le mélangeur interne de laboratoire doit pouvoir refroidir jusqu'à 60 °C, entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant.

6.3.4.2.3.2 Étape 1 — Mélangeage 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 ou la température de la tête du mélangeur afin que cette condition soit remplie.

Un exemple de mode opératoire de mélangeage initial est donné aux points a) à k) ci-après.

Durée (min)	Durée cumu- lée (min)
----------------	-----------------------------

a) Ajuster la température du mélangeur interne de laboratoire à une température de démarrage de $50\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$. Fermer la porte de décharge, démarrer le rotor et relever le piston.	—	—
b) Charger la gomme, abaisser le piston et laisser la mastication de la gomme se dérouler.	0,5	0,5
c) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, l'acide stéarique et le noir de carbone. Abaisser le piston.	0,5	1,0
d) Laisser le mélange s'effectuer.	2,0	3,0
e) Relever le piston, puis nettoyer le col du mélangeur et la partie supérieure du piston. Abaisser le piston	0,5	3,5
f) Laisser le mélange s'effectuer.	1,5	5,0
g) Décharger le mélange.		
h) Après avoir déchargé le mélange, vérifier immédiatement la température du mélange à l'aide d'un instrument de mesure adapté. Si la température mesurée se situe à l'extérieur de la plage comprise entre 150 °C et 170 °C , mettre le mélange au rebut.		
i) Passer le mélange trois fois dans un mélangeur avec une ouverture de 2,5 mm et une température des cylindres de $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.		
j) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 10 mm et déterminer la masse du mélange. Si la masse diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, mettre le mélange au rebut et recommencer le mélangeage.		
k) Laisser le mélange pendant au moins 30 min et jusqu'à 24 h, si possible, à température et humidité normales telles que définies dans l'ISO 23529.		

Les mélangeurs internes de laboratoire de petite taille ne fournissent pas assez de gomme pour le mélangeage final, la masse de mélange nécessaire étant égale au triple de la masse de la formule. En pareils cas, le mélangeur interne de laboratoire peut être utilisé pour le mélangeage final. La température de la tête ou la masse du mélange peut être ajustée, de sorte que la température finale du mélange déchargé ne dépasse pas 120 °C .

6.3.4.2.3.3 Étape 2 — Étape de mélangeage final

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 °C .

Si un mélangeur interne de laboratoire (LIM) est utilisé, ajuster, si nécessaire, la masse du mélange ou la température de la tête du mélangeur afin que cette condition soit remplie.

Si un mélangeur à cylindres est utilisé, régler la température de surface des cylindres à $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et la maintenir pendant le mélangeage. La masse normale d'un mélange préparé sur un mélangeur de laboratoire, exprimée en grammes, doit être égale à trois fois la masse du mélange correspondant à la formule, sauf spécification contraire dans la méthode d'évaluation retenue.

Un exemple de mode opératoire de mélangeage sur mélangeur interne de laboratoire est donné aux points a) à h) ci-après.

Durée (min)	Durée cumu- lée (min)
----------------	-----------------------------