

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
2322

ISO/TC 45/SC 3

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2023-01-20

Vote clos le:
2023-03-17

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 2322

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17aac66f-d9e4-4e8c-b085-387674b18c16/iso-fdis-2322>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 2322:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 2322

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17aac66f-d9e4-4e8c-b085-387674b18c16/iso-fdis-2322>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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	2
4 Échantillonnage et méthodes de préparation complémentaires	2
5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5.1 Indice consistométrique Mooney	2
5.2 Matières volatiles	3
5.3 Cendres	3
6 Préparation des mélanges d'essai	3
6.1 Formules d'essai normalisées	3
6.2 Autres formules pour les types étendus à l'huile	3
6.3 Mode opératoire	4
6.3.1 Appareillage et mode opératoire	4
6.3.2 Méthode A1 et A2 — Mélangeage au mélangeur à cylindres	5
6.3.3 Méthode B — Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire	7
6.3.4 Méthode C — Mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage initial et d'un mélangeur à cylindres pour le mélangeage final	8
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre	10
7.1 Utilisation d'un rhéomètre à disque oscillant	10
7.2 Utilisation d'un rhéomètre sans rotor	10
8 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés	11
9 Fidélité	11
10 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Fidélité	12
Annexe B (informative) Exemple	18
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 septième édition annule et remplace la sixième édition (ISO 232:2014) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- mise à jour des références normatives à l'[Article 2](#) et ajout d'un [Article 3](#) pour les termes et définitions;
- ajout du facteur de charge pour les autres formules d'essai des types étendus à l'huile dans le [Tableau 3 \(6.2\)](#);
- ajout du mode opératoire de mélangeage au mélangeur à cylindres des formules d'essai pour les types étendus à l'huile ([6.3.2.2](#));

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

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs du présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie:

- les méthodes d'essais physiques et chimiques des caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, les formules d'essai normalisées, l'appareillage, et les méthodes de mise en œuvre pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs butadiène-styrène (SBR) polymérisés en émulsion ou en solution, y compris les types étendus à l'huile.

Il est applicable aux caoutchoucs énumérés dans le [Tableau 1](#) qui sont normalement utilisés sous forme vulcanisée.

Tableau 1 — Types de caoutchoucs butadiène-styrène bruts

Caoutchouc (étendu ou non étendu à l'huile)	Styrène		
	Type de copolymère	Teneur totale % (fraction massique)	Teneur en blocs % (fraction massique)
Série A			
Emulsion de SBR	Statistique	≤50	0
Solution de SBR	Statistique	≤50	0
Solution de SBR	En partie en bloc	≤50	≤30
Série B			
Emulsion de SBR	Statistique	>50	0
Solution de SBR	Statistique	>50	0
Solution de SBR	En partie en bloc	≤50	>30

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

ISO 247-2:2018, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres — Partie 2: Analyse thermogravimétrique (TGA)*

ISO 248-1, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 1: Méthode par mélangeage à chaud et méthode par étuvage*

ISO 248-2, *Caoutchouc brut — Détermination des matières volatiles — Partie 2: Méthodes thermogravimétriques utilisant un analyseur automatique avec une unité de séchage infrarouge*

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 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 de préparation complémentaires

4.1 Prélever un échantillon pour laboratoire d'environ 1,5 kg selon la méthode décrite dans l'ISO 1795.

4.2 Préparer les échantillons d'essai conformément 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 d'essai préparé conformément à la méthode préférentielle de l'ISO 1795 (sans passage sur mélangeur à cylindres). Consigner le résultat comme étant ML(1 + 4) à 100 °C.

Si ML(1 + 4) à 100 °C dépasse 100 unités Mooney, le petit rotor peut être utilisé et le résultat consigné dans le rapport comme étant MS(1 + 4) à 100 °C.

L'indice consistométrique Mooney peut aussi être déterminé sur un échantillon d'essai préparé selon le mode opératoire avec passage sur mélangeur à cylindres de l'ISO 1795. Toutefois, cette méthode donne une moins bonne reproductibilité et les résultats peuvent être différents.

5.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles selon la méthode par mélangeage à chaud ou la méthode par étuvage tel que spécifié dans l'ISO 248-1 ou l'ISO 248-2.

5.3 Cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A, ou à la méthode C de l'ISO 247-1:2018, ou à la méthode A de l'ISO 247-2:2018.

6 Préparation des mélanges d'essai

6.1 Formules d'essai normalisées

Les formules d'essai normalisées sont données dans le [Tableau 2](#).

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

En l'absence de matériau de référence normalisé, les parties concernées doivent se mettre d'accord sur les ingrédients à utiliser.

Tableau 2 — Formules d'essai normalisées

Ingrédient	Parties fraction massique	
	Série A	Série B
Caoutchouc butadiène-styrène (SBR) (y compris l'huile dans les SBR étendus à l'huile)	100,00	—
SBR 1500 normal ^a	—	65,00
SBR de série B	—	35,00
Soufre	1,75	1,75
Acide stéarique	1,00	1,00
Noir de référence industriel ^b	50,00	35,00
Oxyde de zinc	3,00	3,00
TBBS ^c	1,00	1,00
Total (masse de la formule)	156,75	141,75
Facteur de charge du mélangeur		

^a Le SBR 1500 EST utilisé précédemment n'est plus disponible. Il est par conséquent nécessaire d'utiliser le SBR 1500 disponible sur le marché. Le type doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

^b Utiliser le noir de référence industriel courant. Sécher l'ingrédient pendant 1 h à 125 °C ± 3 °C et conserver dans un récipient hermétiquement clos.

^c N-tert-butylbenzothiazol-2-sulfénamide. Ce produit est 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 température ambiante dans un récipient fermé et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les six mois. Si l'on constate que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

6.2 Autres formules pour les types étendus à l'huile

L'ASTM D 3185 spécifie les formules d'essai données dans le [Tableau 3](#) pour l'évaluation de SBR d'usage général, étendus à l'huile, selon la teneur en huile du caoutchouc. Ces formules d'essai peuvent remplacer les formules d'essai données dans le [Tableau 2](#).

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

Numéro de formule	Quantité fraction massique					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
Parties d'huile	25	37,5	50	62,5	75	Y ^a
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 référence industriel ^b	62,50	68,75	75,00	81,25	87,50	(100 + Y)/2
TBBS ^c	1,25	1,38	1,50	1,63	1,75	(100 + Y)/100
Total (masse de la formule)	194,50	213,38	232,25	251,13	270,00	
Facteur de charge ^d	2,4	2,2	2,0	1,9	1,7	

Y = nombre de parties d'huile en masse, pour 100 parties de polymère de base dans le caoutchouc étendu à l'huile.

^bUtiliser le noir de référence industriel courant. Sécher l'ingrédient pendant 1 h à 125 °C ± 3 °C et conserver dans un récipient hermétiquement clos.

^c*N-tert*-butylbenzothiazole-2-sulfénamide. Ce produit est 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 température ambiante dans un récipient fermé et la teneur en matières insolubles doit être vérifiée tous les six mois. Si l'on constate que cette teneur dépasse 0,75 %, le produit doit être rejeté ou recristallisé.

^dLe facteur de charge est le coefficient permettant de calculer la masse de la charge du mélangeur, qui permet de maintenir la masse de la charge du mélangeur à un niveau similaire pour les essais de mélangeage. Le facteur de charge est égal à la masse de la formule multipliée par le facteur de charge. La valeur est utilisée uniquement pour la méthode A2 au 6.3.2.2 (mélangeage par mélangeur à cylindres).

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.

Trois modes opératoires de mélangeage sont spécifiées, mais conformément à l'ISO 2393, le mode opératoire avec mélangeur interne de laboratoire est la méthode préférentielle.

- Méthode A1 et A2: mélangeage au mélangeur à cylindres.
- Méthode B: mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire (le mode opératoire préférentiel).
- Méthode C: mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire pour le mélangeage initial et d'un mélangeur à cylindres pour le mélangeage final.

6.3.2 Méthode A1 et A2 — Mélangeage au mélangeur à cylindres

6.3.2.1 Méthode A1 — Mode opératoire pour les formules d'essai normalisées

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 dans le [Tableau 2](#) (c'est-à-dire $4 \times 156,75 \text{ g} = 627 \text{ g}$ ou $4 \times 141,75 \text{ g} = 567 \text{ g}$). Maintenir la température de la surface des cylindres à $50 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$. Conserver 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.

	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 de la série B à une température de $100 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$.	—	—	1,0	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.	7,0	7,0	—	—
Après avoir fait manchonner le SBR 1500, ajouter le caoutchouc [homogénéisé suivant l'étape a) ci-dessus] et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon toutes les 30 s.	—	—	8,0	9,0
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. S'assurer d'ajouter tout noir 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, en le repliant sur lui-même à chaque fois. Déterminer la masse du mélange conformément à l'ISO 2393. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever suffisamment de matière pour l'essai au rhéomètre.
- j) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques ou d'une autre épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes 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 comme défini dans l'ISO 23529.

6.3.2.2 Méthode A2—Mode opératoire pour les formules d'essai des types étendus à l'huile

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé doit être égale à la masse correspondant à la formule d'essai des types étendus à l'huile multipliée par le facteur de charge du [Tableau 3](#). Maintenir la température de la surface des cylindres à 50 °C ± 5 °C. Conserver 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.

Série A

	Durée (min)	Durée cumulée (min)
a) Régler l'écartement des cylindres à 1,15 mm et étant écartés de 1,1 mm, former le manchon de caoutchouc sur le cylindre et faire des coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon toutes les 30 s.	7,0	7,0
b) Ajouter le soufre lentement et régulièrement sur toute la longueur du bourrelet.	2,0	9,0
c) Ajouter l'acide stéarique. Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon après l'incorporation de l'acide stéarique.	2,0	11,0
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. Lorsque tout le noir a été incorporé, régler l'écartement des cylindres à 1,40 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon..	10,0	21,0
e) Ajouter l'oxyde de zinc et le TBBS, l'écartement des cylindres étant maintenu à 1,4 mm.	3,0	24,0
f) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon. et couper le mélange et le retirer du cylindre.	2,0	26,0
g) Régler l'écartement à 0,8 mm. Faire passer le mélange six fois entre les cylindres.	2,0	28,0
h) 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, en le repliant sur lui-même à chaque fois	1,0	29,0

- i) Déterminer la masse du mélange conformément à l'ISO 2393. Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de +0,5 % ou -1,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. Prélever suffisamment de matière pour l'essai au rhéomètre.
- j) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques ou d'une autre épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes 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 comme défini dans l'ISO 23529.

6.3.3 Méthode B — Mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire

Pour les mélangeurs internes de laboratoire ayant des capacités nominales de mélangeage comprises entre 65 cm³ et 2 000 cm³ environ, la masse de mélange doit être égale à la capacité nominale du mélangeur, en centimètres cubes, multipliée par la masse volumique du mélange. Pour chaque mélange, les conditions du mélangeur interne de laboratoire doivent rester identiques pendant la préparation d'une série de mélanges identiques. Au début de chaque série de mélanges d'essai, un mélange de conditionnement de la machine doit être obtenu en utilisant la même formule que pour les mélanges soumis à essai. Il faut laisser le mélangeur interne de laboratoire refroidir à 60 °C entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. Le contrôle de la température ne doit pas être altéré au cours du mélangeage d'une série de mélanges d'essai.

La technique de mélangeage doit permettre d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients.

La température du mélange déchargé à l'issue du mélangeage ne doit pas dépasser 120 °C. Si nécessaire, régler la température de la masse du mélange ou celle de démarrage du mélangeur de façon à respecter cette condition.

NOTE 1 Les conditions de mélangeage indiquées dans le [Tableau A.6](#) pour différentes tailles de mélangeur interne de laboratoire peuvent être utiles.

Les ingrédients de mélangeage autres que le caoutchouc, le noir de carbone et l'huile peuvent être introduits dans les mélanges obtenus au mélangeur interne de laboratoire de façon plus précise et plus facilement s'ils sont préalablement mélangés dans les proportions requises par la formule. De tels mélanges peuvent être réalisés par mélange pendant 10 min dans un mélangeur biconique à barre tournante ou obtenus en mélangeant dans un autre type de mixer durant cinq périodes de 3 s, en raclant les parois internes pour en enlever les morceaux de matériaux qui restent collés à l'issue de chaque période de mélangeage de 3 s. Un mixeur Waring®¹⁾ s'est avéré approprié pour cette méthode.

AVERTISSEMENT — Si le temps de mélangeage dépasse 3 s, l'acide stéarique peut fondre et empêcher une bonne dispersion.

NOTE 2 Un mode opératoire général de mélangeage pour un mélangeur interne de laboratoire est comme suit:

	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 et l'acide stéarique préalablement mélangés, 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

1) Un mixeur 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 de ce produit.