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

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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
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 Ingrédients de mélange	2
5 Préparation des matériaux	2
5.1 Masses des mélanges.....	2
5.2 Tolérances de pesage.....	2
5.3 Conditionnement du noir de carbone.....	2
6 Matériel de mélangeage	3
6.1 Mélangeur à cylindres.....	3
6.2 Mélangeur interne de laboratoire.....	3
7 Méthodes de mélangeage	5
7.1 Généralités.....	5
7.2 Méthode de mélangeage sur mélangeur à cylindres.....	5
7.3 Méthode de mélangeage sur mélangeur interne de laboratoire.....	6
8 Préparation des feuilles vulcanisées normalisées pour le découpage des éprouvettes en haltères	8
8.1 Conditionnement des mélanges et préparation de l'ébauche.....	8
8.2 Appareillage de vulcanisation.....	9
8.3 Méthode de vulcanisation.....	11
9 Préparation des disques vulcanisés normalisés pour éprouvettes en anneaux	12
9.1 Conditionnement des mélanges et préparation de l'ébauche.....	12
9.2 Matériel de vulcanisation.....	12
9.3 Méthode de vulcanisation.....	13
10 Fidélité	13
Annexe A (informative) Déclaration de fidélité pour mélangeur à cylindres et mélangeur interne	15
Annexe B (informative) Paramètres et conditions de fonctionnement des mélangeurs internes pour les trois programmes d'essais interlaboratoires	23
Annexe C (informative) Analyse plus approfondie des données des ITP	25
Bibliographie	27

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 appelée 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est 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 2393:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique:

- le [7.1](#) a été ajouté pour indiquer que le mélangeur interne de laboratoire est l'équipement préférentiel;
- le 7.2.1.1 est devenu le [7.3.1.1](#); le paragraphe été révisé afin de supprimer la référence à EST8, qui n'est plus disponible, et car un mélange de contrôle pour un caoutchouc spécifique n'est pas pertinent pour la présente Norme internationale;
- les dimensions de l'empreinte du moule ont été spécifiées au [8.2.2](#);
- des instructions pour l'élimination de l'air piégé après l'insertion ont été ajoutées au [8.3.2](#).

La présente version française de l'ISO 2393:2014 correspond à la version anglaise publiée le 2014-03-01 et corrigée le 2014-04-01.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie l'appareillage et les modes opératoires pour la préparation, le mélangeage, et la vulcanisation des mélanges d'essais à base de caoutchouc spécifiés dans les différentes Normes internationales relatives à l'évaluation de ces mélanges d'essais.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 289-1, *Caoutchouc non vulcanisé — Déterminations utilisant un consistomètre à disque de cisaillement — Partie 1: Détermination de l'indice consistométrique Mooney*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

masse de formulation d'un mélange

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 comme spécifiée par la méthode d'évaluation appropriée

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

partie du volume utile total qui est effectivement utilisée pour le mélangeage

Note 1 à l'article: Une valeur de 0,75 fois le volume utile total est couramment admise pour des mélangeurs à rotors tangentiels.

3.5

méthode d'évaluation

Norme internationale spécifiant les matériaux, formule d'essai, modes opératoires de mélangeage, modes opératoires de vulcanisation, et méthodes d'essai pour l'évaluation d'un type de caoutchouc ou d'un ingrédient de mélange

4 Ingrédients de mélange

Les ingrédients de mélange nécessaires pour les diverses formules d'essai normalisées doivent être conformes aux Normes nationales ou internationales, comme spécifié dans la méthode d'évaluation appropriée.

5 Préparation des matériaux

5.1 Masses des mélanges

5.1.1 La masse normalisée, en grammes, d'un mélange préparé sur mélangeur à cylindres de laboratoire doit être égale à quatre fois la masse correspondant à la formule, sauf spécification contraire dans la méthode d'évaluation appropriée.

NOTE Certains pays utilisent des masses de mélanges plus petites. Ceci peut donner des résultats différents.

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

5.2 Tolérances de pesage

5.2.1 La masse du mélange doit être prise en compte lors de la détermination des tolérances de pesage. En général, 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 $\pm 1\%$, 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 Lorsque la masse du mélange est inférieure à quatre fois la masse correspondant à la formule, les tolérances de pesage doivent être égales au dixième de celles indiquées en [5.2.1](#). En conséquence, 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 $\pm 1\%$, selon ce qui est le plus précis, le soufre et les accélérateurs 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

Sauf spécification contraire, le noir de carbone doit être conditionné, avant pesage, par chauffage dans une étuve à $105\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 2 h. Le noir de carbone doit être placé dans un récipient ouvert de dimensions appropriées, 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 pour mélange.

Le noir de carbone peut également être conditionné par chauffage dans une étuve à $125\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ pendant 1 h. Le noir de carbone ainsi conditionné 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 de mélangeage.

6 Matériel de mélangeage

6.1 Mélangeur à cylindres

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

— diamètre du cylindre (DE)	de 150 mm à 155 mm;
— longueur du cylindre (entre les guides)	de 250 mm à 280 mm;
— vitesse du cylindre avant (lent)	24 r/min \pm 1 r/min;
— rapport de vitesse des cylindres	de préférence 1:1,4;
— écartement entre les cylindres (réglable)	de 0,2 mm à 8,0 mm;
— tolérance de température	\pm 5 °C (sauf spécification contraire).

AVERTISSEMENT — Il convient d'équiper le mélangeur avec des dispositifs de sécurité destinés à éviter les accidents et de fournir à l'opérateur un équipement approprié pour le protéger contre les produits chimiques dangereux, en conformité avec les réglementations nationales.

NOTE 1 Si des mélangeurs d'autres dimensions sont utilisés, des modifications des masses et de la durée de mélangeage peuvent être nécessaires, afin d'obtenir des résultats comparables.

NOTE 2 Si le rapport de vitesse des cylindres est différent de 1:1,4, des modifications dans la méthode de mélangeage 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 mm \pm 3 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 insérées 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'indice consistométrique Mooney, déterminé conformément à l'ISO 289-1, supérieur à 50 ML(1+4) à 100 °C et mesurant environ 75 mm \times 75 mm \times 6 mm. Les cylindres doivent être à la température spécifiée pour le mélangeage. 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 \pm 10 % ou de 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 de laboratoire

6.2.1 Les mélangeurs internes de laboratoire sont disponibles dans une gamme de tailles allant d'une capacité nominale de mélangeur de 65 cm³ (anciennement décrit comme un mélangeur interne miniature) à environ 3 000 cm³. Des programmes d'essais interlaboratoires (ITP) avec deux types différents de caoutchouc synthétique et avec un caoutchouc naturel ont montré que la capacité du mélangeur n'a pas d'incidence significative sur les résultats, à condition qu'une bonne dispersion de tous les ingrédients soit obtenue (voir l'[Annexe C](#) pour un exposé des effets de certaines variables du mélangeur).

Pour des comparaisons interlaboratoires, il est préférable d'utiliser le même type de mélangeur et d'aligner autant que possible les conditions de mélangeage (capacité nominale de mélangeage, température de départ de la tête du mélangeur, type et vitesse des rotors, durée de mélangeage).

Tous les mélangeurs utilisés dans les programmes d'essais interlaboratoires (ITP) étaient du type à rotors tangentiels, y compris le mélangeur Banbury, les mélangeurs à cames, et d'autres types. Aucun laboratoire n'a proposé l'utilisation de mélangeur à rotors enchevêtrés. En conséquence, le mélangeur décrit comme Type B dans la version précédente de la présente Norme internationale a été supprimé.

Toutefois, un mélangeur à rotors enchevêtrés peut être utilisé sous réserve d'un accord entre les parties concernées.

6.2.2 La présente Norme internationale spécifie les exigences générales relatives à des mélangeurs internes de laboratoire dont la capacité nominale est comprise entre 65 cm³ environ et 2 000 cm³ environ.

AVERTISSEMENT — Il convient d'équiper les mélangeurs internes de laboratoire d'un système d'évacuation des fumées et de dispositifs de sécurité appropriés pour éviter les accidents, en conformité avec les réglementations nationales. Il convient de fournir aux opérateurs un équipement approprié pour les protéger contre les produits chimiques dangereux, en conformité avec les réglementations nationales.

NOTE 3 Les mélangeurs internes de laboratoire de plus petites dimensions produisent une quantité de mélange permettant seulement d'effectuer l'essai au rhéomètre et des essais limités de contrainte-déformation.

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

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

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

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

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

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

6.2.8 Lorsque les écartements des rotors dépassent d'environ 50 % les valeurs correspondant à l'état « de livraison », une remise en état devient nécessaire puisque la qualité du mélangeage peut être dégradée. Cette augmentation de l'écartement des rotors peut être considérée comme équivalente à une augmentation d'environ 10 % de la capacité nominale du mélangeur.

6.2.9 Un mélangeur, du type décrit en [6.1](#), doit être prévu pour homogénéiser les mélanges.

6.2.10 Le plus petit mélangeur interne de laboratoire peut être muni de rotors de différents types permettant d'atteindre différentes capacités nominales de mélangeur (voir [Tableau 1](#)).

Tableau 1 — Types de rotors pour le plus petit mélangeur interne de laboratoire

Paramètre	A cames	Banbury
Volume utile total (cm ³)	85 ± 1	75 ± 1
Capacité nominale du mélangeur (cm ³)	64	56
Rapport de friction des rotors	1,5:1	1,5:1

7 Méthodes de mélangeage

7.1 Généralités

Le mélangeur interne de laboratoire est préférentiel par rapport au mélangeur de laboratoire.

7.2 Méthode de mélangeage sur mélangeur à cylindres

7.2.1 Les mélanges doivent être effectués en faisant manchonner le caoutchouc sur le cylindre avant, sauf prescription contraire dans la procédure d'évaluation retenue.

7.2.2 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.

7.2.3 Chaque fois que des coupes aux trois quarts sont spécifiées, le mélange doit être coupé aux trois quarts 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.

7.2.4 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.

7.2.5 Chaque fois que des coupes aux trois quarts de chaque côté sont spécifiées, des coupes successives aux trois quarts doivent être faites alternativement d'un côté et de l'autre, en laissant 20 s entre les coupes successives, sauf spécification contraire dans la méthode d'évaluation appropriée.

7.2.6 Faire passer six fois le mélange dans le sens longitudinal dans le mélangeur, sauf spécification contraire dans la méthode d'évaluation appropriée.

7.2.7 La masse du mélange obtenu ne doit pas différer de la masse totale des ingrédients de plus de +0,5 % ou -1,5 %.

Certains caoutchoucs et ingrédients de mélanges contiennent de petites quantités de matières volatiles qui peuvent s'éliminer à la température de mélangeage, ce qui a pour résultat que la tolérance susmentionnée peut ne pas être respectée. Dans ce cas, la différence doit être consignée dans le rapport et justifiée.

7.2.8 Le mélange doit être refroidi à la température ambiante sur une surface métallique plane, propre et sèche. Le mélange peut aussi être refroidi dans l'eau, mais les résultats obtenus peuvent être différents.

Les mélanges refroidis doivent être enveloppés dans une feuille d'aluminium ou d'un autre matériau approprié afin d'empêcher la contamination par d'autres mélanges.

7.2.9 Un rapport doit être rédigé pour chaque mélange, mentionnant

- a) le rapport de vitesses (rapport de friction) et les vitesses des cylindres,
- b) la distance entre les guides,
- c) les températures maximale et minimale des cylindres enregistrées pendant le mélangeage,
- d) la température de conditionnement du noir de carbone,