
**Caoutchouc éthylène-propylène-diène
(EPDM) — Méthode d'évaluation**

Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) — Evaluation procedure

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 4097:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-aff1-016756277654/iso-4097-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-aff1-016756277654/iso-4097-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4097:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-affl-016756277654/iso-4097-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-affl-016756277654/iso-4097-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du 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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5 Préparation des mélanges d'essai pour évaluation	2
6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre	8
7 Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés	8
8 Fidélité	9
9 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Autre formule d'essai pour des EPDM non étendus à l'huile et à faible consistance Mooney	12
Bibliographie	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4097:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-affl-016756277654/iso-4097-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-affl-016756277654/iso-4097-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 4097 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 4097:1991), dont elle constitue une révision technique.

[ISO 4097:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/ist/8767605-1-b580-d19c-aff1-016756277654/iso-4097-2000)

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Caoutchouc éthylène-propylène-diène (EPDM) — Méthode d'évaluation

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale aient connaissance des pratiques de laboratoire habituelles. Cette norme n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes de sécurité susceptibles de survenir dans le cadre de son utilisation. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en termes d'hygiène et de sécurité et de garantir la conformité à l'ensemble des conditions réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie:

- les essais physiques et chimiques réalisés sur les caoutchoucs bruts;
- les ingrédients normalisés, les formules d'essai normalisées, l'appareillage et les méthodes de transformation permettant de déterminer les caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs éthylène-propylène-diène (EPDM), généralement appelés caoutchoucs éthylène-propylène-diène, y compris les types étendus à l'huile.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

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

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

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

ISO 1795:2000, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure.*

ISO 2393:1994, *Mélange d'essais à base de caoutchouc — 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 6502:1999, *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres.*

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

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Prélever un échantillon de laboratoire pesant environ 1,5 kg conformément à la méthode décrite dans l'ISO 1795.

3.2 Préparer la prise d'essai conformément à l'ISO 1795.

4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

4.1 Viscosité Mooney

Déterminer la viscosité Mooney conformément à l'ISO 289-1 sur une prise d'essai préparée comme indiqué en 3.2 (sans homogénéisation).

Si une homogénéisation est nécessaire, maintenir la température de surface des cylindres à (50 ± 5) °C [pour des caoutchoucs à basse viscosité Mooney, une température de (35 ± 5) °C peut être utilisée]. S'il y a homogénéisation, la noter dans le rapport.

Noter le résultat comme ML (1 + 4) à 125 °C sauf si une autre température d'essai (de 100 °C ou 150 °C) et/ou une durée d'essai de (1 + 8) min ont fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 248.

4.3 Taux de cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A ou B de l'ISO 247:2000.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8767605d-b580-419c-aff1-016756277654/iso-4097-2000>

5 Préparation des mélanges d'essai pour évaluation

5.1 Formules d'essai normalisées

Les formules d'essai normalisées sont données dans le Tableau 1, dans lequel:

- la formule 1 s'applique aux EPDM non étendus à l'huile dont la teneur en éthylène ne dépasse pas 67 % (valeur nominale) en masse;
- la formule 2 s'applique aux EPDM non étendus à l'huile dont la teneur en éthylène est égale ou supérieure à 67% (valeur nominale) en masse;
- la formule 3 s'applique aux EPDM étendus à l'huile et dont la teneur en huile est inférieure à 80 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc, en masse;
- la formule 4 s'applique aux EPDM étendus à l'huile et dont la teneur en huile est égale ou supérieure à 80 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc, en masse.

Les ingrédients utilisés doivent être des produits de référence, normalisés à l'échelon national ou international. Si aucun ingrédient de référence normalisé n'est disponible, les ingrédients utilisés doivent faire l'objet d'un accord entre les parties concernées.

Une autre formule d'essai pour des EPDM non étendus à l'huile et à faible consistance Mooney est donnée dans l'annexe A.

Tableau 1 — Formules d'essai normalisées pour l'évaluation des caoutchoucs EPDM

Ingrédients	Formule d'essai			
	1	2	3	4
Parties en masse				
EPDM	100,00	100,00	100,00 + y ^a	100,00 + z ^b
Acide stéarique	1,00	1,00	1,00	1,00
Noir de référence IRB ^c	80,00	100,00	80,00	150,00
Huile ASTM 103 ^d	50,00	75,00	50,00 – y ^a	—
Oxyde de zinc	5,00	5,00	5,00	5,00
Soufre	1,50	1,50	1,50	1,50
Disulfure de tétraméthylthiurame (TMTD) ^e	1,00	1,00	1,00	1,00
Mercaptobenzothiazole (MBT)	0,50	0,50	0,50	0,50
Total	239,00	284,00	239,00 + (y – 50) si y > 50	259,00 + z

^a y est, dans le cas des caoutchoucs étendus à l'huile, le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base. Si y est supérieur à 50 mais inférieur à 80, ne pas ajouter d'huile à la formule 3. Dans ce cas, la masse totale de cette formule dépassera 239.

^b z est le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base, pour les types de caoutchoucs dont la teneur en huile est au moins égale à 80.

^c Le noir de référence courant IRB (Industry Reference Black) doit être utilisé.

^d Cette huile, de masse volumique 0,92 g/cm³, est fabriquée par la Sun Refining and Marketing Company, et est distribuée par R.E. Caroll Inc., P.O. Box 139, Trenton, NJ 08601, États-Unis. Il convient d'adresser les demandes en provenance de l'étranger à Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103, États-Unis. D'autres huiles, telles que Shellflex 724, peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats légèrement différents.

L'huile ASTM 103 a les caractéristiques suivantes:

viscosité cinématique à 100 °C: (16,8 ± 1,2) mm²/s;

constante de viscosité-gravité: 0,889 ± 0,002.

La constante de viscosité-gravité (CVG) est calculée d'après la viscosité universelle Saybolt à 37,8 °C et la densité relative (gravité spécifique) à 15,5 °C/15,5 °C. Utiliser l'équation suivante pour calculer la constante de viscosité-gravité (CVG) d'après les propriétés mesurées:

$$CVG = \frac{10d - 1,075 2 \log_{10}(v - 38)}{10 - \log_{10}(v - 38)}$$

où:

d est la densité relative (gravité spécifique) à 15,5 °C/15,5 °C;

v est la viscosité universelle Saybolt à 37,8 °C (ASTM D 88/ASTM D 2161).

^e Un produit de référence normalisé pour le TMTD est l'IRM 1. Il peut être obtenu chez Forcoven Products Inc., P.O. Box 1556, Humble, Texas 77338, États-Unis.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 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.

5.2.2 Méthodes de mélangeage

5.2.2.1 Généralités

Trois méthodes de mélangeage sont spécifiées:

la méthode A: mélangeage interne;

la méthode B: mélangeage à cylindres;

la méthode C: utilise un mélangeur interne pour la préparation du mélange initial et à cylindres pour le mélange final.

NOTE Le mélangeage des caoutchoucs éthylène-propylène-diène sur mélangeur à cylindres, en utilisant les formules d'essai normalisées, est plus difficile que celui des autres caoutchoucs, et l'utilisation d'un mélangeur interne permet d'obtenir de meilleurs résultats. En raison de la difficulté du mélangeage des caoutchoucs EPDM sur mélangeur à cylindres, il est conseillé de n'employer la méthode B que chaque fois qu'un mélangeur interne n'est pas disponible.

5.2.2.2 Méthode A — Mélangeage interne

5.2.2.2.1 Mode opératoire de mélangeage initial

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Régler la température du mélangeur interne afin d'obtenir une température finale de mélangeage de 150 °C en 5 min environ. Fermer la porte de décharge, régler la vitesse du rotor à 8 rad/s (77 r/min), mettre le rotor en marche et lever le piston.	0	0
b) Introduire le caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile et l'acide stéarique. Abaisser le piston.	0,5	0,5
c) Laisser travailler le mélange.	2,5	3,0
d) Relever le piston et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston.	0,5	3,5
e) Décharger le mélange soit lorsque la température de 150 °C est atteinte, soit après 5 min, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint.	1,5 max.	5,0

Durée totale (maximale) 5,0

f) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur de laboratoire à cylindres, les cylindres étant écartés de 2,5 mm et à une température de (50 ± 5) °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de $\left(\begin{smallmatrix} +0,5 \\ -1,5 \end{smallmatrix} \right)$ % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.

g) Laisser reposer le mélange durant au moins 30 min et jusqu'à 24 h après le mélangeage, si possible à température et humidité normales comme définies dans l'ISO 471.

5.2.2.2.2 Mode opératoire du mélangeage final

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Régler la chambre et les rotors à (40 ± 5) °C. Fermer la porte de décharge, lancer le rotor à 8 rad/s (77 r/min) et lever le piston.	0	0
b) Introduire la moitié du mélange préparé en 5.2.2.2.1, les accélérateurs et le soufre, puis le reste du mélange. Abaisser le piston.	0,5	0,5
c) Laisser travailler le mélange soit jusqu'à ce qu'il atteigne une température de 110 °C, soit pendant une durée totale de mélangeage de 2 min, dès que l'un ou l'autre de ces deux critères est atteint. Décharger le mélange.	1,5 max.	2,0
Durée totale maximale		2,0
d) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur de laboratoire à cylindres, les cylindres étant écartés de 0,8 mm, à une température de (50 ± 5) °C.		
e) Faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant alternativement par l'un ou l'autre des bouts.		
f) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de $\left(\begin{smallmatrix} +0,5 \\ -1,5 \end{smallmatrix} \right)$ % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre.		
g) Prélever une quantité suffisante de mélange pour effectuer les essais au rhéomètre.		
h) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques d'essai, ou de l'épaisseur convenable pour préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux conformément à l'ISO 37.		
i) Laisser reposer le mélange durant au moins 30 min et jusqu'à 24 h après le mélangeage, si possible à température et humidité normales comme définies dans l'ISO 471.		

5.2.2.3 Méthode B — Mélangeage par cylindres

La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisé, doit être égale à deux fois la masse correspondant à la formule. La température de la surface des cylindres doit être maintenue à (50 ± 5) °C pendant toute la durée du mélangeage. Mélanger l'oxyde de zinc, l'acide stéarique, l'huile et le noir de carbone dans un récipient convenable avant de commencer le mélangeage (voir, néanmoins, la note ci-après).

Un bourrelet convenable doit être maintenu entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils peuvent être légèrement modifiés.

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
a) Les cylindres étant écartés de 0,7 mm et la température étant maintenue à $50 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$, former le manchon sur le cylindre rapide.	1,0	1,0
b) Ajouter avec une spatule le mélange d'huile, de noir de carbone, d'oxyde de zinc et d'acide stéarique, en le répartissant uniformément sur toute la longueur des cylindres. [Étapes b) et c)]	13,0	14,0

NOTE Dans les formules 2 et 3, une partie de l'huile peut n'être ajoutée qu'à l'étape c.