

---

---

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

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

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

[ISO 4097:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014>



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

[ISO 4097:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

|   |           |
|---|-----------|
| Avant-propos.....   | iv        |
| <b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>2</b> <b>Références normatives</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>3</b> <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....   | <b>2</b>  |
| <b>4</b> <b>Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut</b> .....  | <b>2</b>  |
| 4.1    Indice consistométrique Mooney.....  | 2         |
| 4.2    Matières volatiles.....  | 2         |
| 4.3    Taux de cendres.....   | 2         |
| <b>5</b> <b>Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation</b> .....  | <b>2</b>  |
| 5.1    Formules d'essai normalisées.....  | 2         |
| 5.2    Appareillage et mode opératoire.....   | 3         |
| 5.3    Modes opératoires de mélangeage.....   | 3         |
| 5.3.1    Généralités.....   | 3         |
| 5.3.2    Mélangeage par mélangeur interne de laboratoire pour les méthodes A1,<br>A2, et A3.....  | 4         |
| 5.3.3    Méthode B — Mélangeage au mélangeur à cylindres.....   | 7         |
| <b>6</b> <b>Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre</b> .....  | <b>8</b>  |
| 6.1    À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant.....  | 8         |
| 6.2    À l'aide d'un rhéomètre sans rotor.....  | 9         |
| <b>7</b> <b>Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des<br/>          mélanges d'essai vulcanisés</b> ..... | <b>9</b>  |
| <b>8</b> <b>Fidélité</b> .....  | <b>9</b>  |
| <b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....   | <b>9</b>  |
| <b>Annexe A</b> (informative) <b>Fidélité</b> .....   | <b>11</b> |
| <b>Annexe B</b> (informative) <b>Formules d'essai normalisées de l'ISO 4097:2007</b> .....  | <b>15</b> |
| <b>Bibliographie</b> .....  | <b>18</b> |

## 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](http://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](http://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](http://www.iso.org/standards/information).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 sixième édition annule et remplace la cinquième édition (ISO 4097:2007), dont elle constitue une révision technique avec les modifications suivantes:

- ajout de nouvelles formules d'essai normalisées pour l'évaluation des caoutchoucs EPDM ([Tableau 1](#));
- suppression du disulfure de tétraméthylthiurame (TMTD) des formules d'essai normalisées;
- modification des modes opératoires de mélangeage ([5.3](#)): ajout du mélangeage en deux étapes et du mélangeur interne de laboratoire;
- ajout de l'indication que le mélangeage en une seule étape est la méthode préférentielle ([5.3.1](#));
- ajout de nouvelles données de fidélité dans une nouvelle [Annexe A](#) informative;
- les formules d'essai normalisées et les données de précision de la cinquième édition (ISO 4097:2007) ont été déplacées dans une nouvelle [Annexe B](#) informative;
- ajout d'une indication à l'[Annexe B](#) pour expliquer que les formules normalisées de la cinquième édition (ISO 4097:2007) sont retenues jusqu'au prochain examen systématique avec une limite de cinq ans.

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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 et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie ce qui suit:

- les essais physiques et chimiques applicables aux 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 éthylène-propylène-diène (EPDM), y compris les types étendus à l'huile.

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout 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 247, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*

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

ISO 6502, *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres*

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

### 3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

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

3.2 Préparer les échantillons d'essai conformément à l'ISO 1795.

### 4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

#### 4.1 Indice consistométrique Mooney

Déterminer l'indice consistométrique Mooney conformément à l'ISO 289-1, sur un échantillon d'essai préparé comme indiqué au 3.2 (sans homogénéisation).

Si une homogénéisation est nécessaire, maintenir la température de surface des cylindres du mélangeur à  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  (pour les caoutchouc avec un faible indice consistométrique Mooney, une température de  $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  peut être utilisée). L'homogénéisation, si elle est utilisée, doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

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

#### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 248-1 ou l'ISO 248-2.

#### 4.3 Taux de cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à la méthode A ou à la méthode B de l'ISO 247.

### 5 Préparation des mélanges d'essai pour l'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 nominale en éthylène-est inférieure à 67 % en masse;
- la formule 2 s'applique aux EPDM non-étendus à l'huile dont la teneur nominale en éthylène est supérieure ou égale à 67 % en masse;
- la formule 3 s'applique aux EPDM non-étendus à l'huile avec un faible indice consistométrique Mooney;
- la formule 4 s'applique aux EPDM étendus à l'huile dont la teneur en huile est inférieure ou égale à 50 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc;
- la formule 5 s'applique aux EPDM étendus à l'huile dont la teneur en huile est comprise entre 50 et 80 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc;
- la formule 6 s'applique aux EPDM étendus à l'huile dont la teneur en huile est supérieure ou égale à 80 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc.

Les ingrédients utilisés doivent être des matériaux de référence normalisés au niveau national ou international, sauf si aucun ingrédient de référence normalisé n'est disponible, dans ce cas les ingrédients utilisés doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

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

| Matériau   | Formule d'essai  |        |        |                         |                         |                         |
|--|------------------|--------|--------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
|  | 1                | 2      | 3      | 4                       | 5                       | 6                       |
|  | Parties en masse |        |        |                         |                         |                         |
| EPDM   | 100,00           | 100,00 | 100,00 | 100,00 + x <sup>a</sup> | 100,00 + y <sup>b</sup> | 100,00 + z <sup>c</sup> |
| Acide stéarique  | 1,00             | 1,00   | 1,00   | 1,00                    | 1,00                    | 1,00                    |
| Noir industriel de référence <sup>d</sup>              | 80,00            | 100,00 | 40,00  | 80,00                   | 80,00                   | 150,00                  |
| Huile ASTM 103 <sup>e</sup>                            | 50,00            | 75,00  | —      | 50,00 – x <sup>a</sup>  | —                       | —                       |
| Oxyde de zinc  | 5,00             | 5,00   | 5,00   | 5,00                    | 5,00                    | 5,00                    |
| Soufre   | 1,50             | 1,50   | 1,50   | 1,50                    | 1,50                    | 1,50                    |
| N-Cyclohexyl-2-Mercaptobenzothiazile sulphenamide(CBS) | 3,5              | 3,5    | 3,5    | 3,5                     | 3,5                     | 3,5                     |
| Mercaptobenzothiazole (MBT)                            | 1,0              | 1,0    | 1,0    | 1,0                     | 1,0                     | 1,0                     |
| Total  | 242,00           | 287,00 | 152,00 | 242,00                  | 192,00 + y <sup>b</sup> | 262,00 + z <sup>c</sup> |

<sup>a</sup> x est le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base, pour les types de caoutchoucs ayant une teneur en huile inférieure ou égale à 50.

<sup>b</sup> y est le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base, pour les types de caoutchoucs ayant une teneur en huile comprise entre 50 et 80.

<sup>c</sup> z est le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base, pour les types de caoutchoucs ayant une teneur en huile supérieure à 80.

<sup>d</sup> Le noir industriel de référence courant (IRB) est utilisé.

<sup>e</sup> Huile de masse volumique de 0,92 g/cm<sup>3</sup>. D'autres huiles peuvent être utilisées mais peuvent donner des résultats légèrement différents. L'huile ASTM 103 est un exemple de produit disponible commercialement. Elle est produite par Sun Refining and Marketing Company et distribuée par R.E. Carroll Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638, USA. Il convient que les demandes en provenance de l'étranger soient adressées directement à Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO pour ce produit.

## 5.2 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.

## 5.3 Modes opératoires de mélangeage

### 5.3.1 Généralités

Quatre modes opératoires de mélangeage sont spécifiés.

- Méthode A1: mélangeage en une seule étape à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire qui est la méthode préférentielle.
- Méthode A2: mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire.
- Méthode A3: 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.
- Méthode B: mélangeage sur mélangeur à cylindres.

Le mélangeage des caoutchoucs éthylène-propylène-diène sur mélangeurs à cylindres, en utilisant les formules d'essai normalisées, est plus difficile que celui des autres caoutchoucs et l'utilisation d'un

mélangeur interne de laboratoire permet d'obtenir de meilleurs résultats. En raison de la difficulté du mélangeage des caoutchoucs EPDM, il est recommandé d'utiliser la méthode B uniquement si un mélangeur interne de laboratoire n'est pas disponible.

**5.3.2 Mélangeage par mélangeur interne de laboratoire pour les méthodes A1, A2, et A3**

**5.3.2.1 Généralités**

La technique de mélangeage dans chaque méthode peut être modifiée afin d'obtenir une bonne dispersion de tous les ingrédients. 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. Le mélangeur interne de laboratoire doit refroidir jusqu'à 60 °C entre la fin d'un mélange d'essai et le début du suivant. Les conditions de contrôle de la température ne doivent pas être altérées au cours du mélangeage d'une série de mélanges d'essai.

**5.3.2.2 Méthode A1 — Mélangeage en une seule étape avec un mélangeur interne de laboratoire**

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

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 en utilisant un mortier et un pilon, par mélangeage pendant 10 min dans un mélangeur biconique avec une barre rotative, ou mélangeage dans un mixeur pendant cinq périodes de 3 s chacune et en raclant les parois interne du mixeur pour en déloger les morceaux de matériaux qui restent collés après chaque période de 3 s. Un mixeur de type Waring<sup>1)</sup> a été trouvé approprié pour cette méthode

**Avertissement — S'il est mélangé plus de 3 s, l'acide stéarique peut fondre et empêcher une bonne dispersion.**

NOTE Un exemple de mode opératoire de mélangeage pour mélangeur interne de laboratoire est comme suit.

|  | <b>Durée<br/>(min)</b> | <b>Durée cumulée<br/>(min)</b> |
|--|------------------------|--------------------------------|
| a) Introduire le caoutchouc, abaisser le piston et laisser se faire la mastication du caoutchouc.  | 1,0                    | 1,0                            |
| b) Relever le piston et ajouter l'oxyde de zinc, le soufre, l'acide stéarique, et les accélérateurs préalablement mélangés. Puis ajouter le noir de carbone et l'huile, nettoyer l'orifice d'entrée et abaisser le piston. | 1,0                    | 2,0                            |
| c) Laisser le mélange se faire.  | 7,0                    | 9,0                            |
|  | -----                  |                                |
|  | Durée totale (max.)    | 9,0                            |
| d) Arrêter le moteur, relever le piston, enlever la chambre et décharger le mélange. Noter la température maximale du mélange.   |                        |                                |
| e) Après l'avoir déchargé, faire passer immédiatement le mélange entre les cylindres d'un mélangeur de laboratoire, écartés de 0,8 mm et à une température de 50 °C ± 5 °C.  |                        |                                |

1) Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne saurait constituer un engagement de l'ISO pour ce produit.



- f) Faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par ou l'autre des bouts, alternativement.
- g) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % ou +0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.
- h) Retirer suffisamment de matériau pour l'essai au rhéomètre.
- i) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques d'essai ou d'une épaisseur adaptée à la préparation d'éprouvettes en forme d'anneau conformément à l'ISO 37.
- j) Laisser reposer le mélange pendant au moins 30 min mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.

### 5.3.2.3 Méthode A2 — Mélangeage en deux étapes à l'aide d'un mélangeur interne de laboratoire

#### 5.3.2.3.1 Mode opératoire de mélangeage initial

|  | Durée<br>(min) | Durée cumulée<br>(min) |
|--|----------------|------------------------|
| a) Régler la température du mélangeur interne pour obtenir une température finale du mélange de 150 °C en environ 5 min. Fermer la porte de décharge, régler le rotor 8 rad/s (77 r/min), démarrer le rotor et relever le piston.  | 0              | 0                      |
| b) Introduire le caoutchouc, oxyde de zinc, noir de carbone, l'huile et l'acide stéarique. Abaisser le piston.   | 0,5            | 0,5                    |
| c) Laisser le mélange se faire.  | 2,5            | 3,0                    |
| d) Relever le piston, nettoyer l'orifice d'entrée et le haut du piston. Abaisser le piston.  | 0,5            | 3,5                    |
| e) Décharger le mélange lorsque la température atteint 150 °C ou après 5 min, selon le premier évènement se produisant.  | max. 1,5       | 5,0                    |
| Durée totale (max.)  |                | 5,0                    |
| f) Faire passer immédiatement le mélange trois fois dans un mélangeur de laboratoire dont les cylindres sont écartés de 2,5 mm et à une température de 50 °C ± 5 °C. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si elle diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % ou +0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. |                |                        |
| g) Laisser reposer le mélange pendant au moins 30 min mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.   |                |                        |

#### 5.3.2.3.2 Mode opératoire de mélangeage final

|  | Durée<br>(min) | Durée cumulée<br>(min) |
|--|----------------|------------------------|
| a) Régler la chambre et les rotors à 40 °C ± 5 °C. Fermer la porte de décharge, démarrer les rotors à 8 rad/s (77 r/min) et relever le piston. | 0              | 0                      |

- b) Introduire la moitié du mélange préparé en 5.3.2.3.1, les accélérateurs et le soufre, et puis le reste du mélange. Abaisser le piston. 0,5 0,5
- c) Laisser le mélange se faire jusqu'à atteindre une température de 110 °C ou pendant une durée totale de mélangeage de 2 min, selon le premier évènement se produisant. Décharger le mélange. max. 1,5 2,0
- 
- Durée totale (max.) 2,0
- d) Faire passer immédiatement le mélange entre les cylindres d'un mélangeur de laboratoire écartés de 0,8 mm et à une température de 50 °C ± 5 °C.
- e) Faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par ou l'autre des bouts, alternativement.
- f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 6 mm. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si elle diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % ou +0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre.
- g) Retirer suffisamment de matériau pour l'essai au rhéomètre.
- h) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 2,2 mm pour la préparation de plaques d'essai, ou d'une épaisseur adaptée à la préparation d'éprouvettes en forme d'anneau ou d'haltères conformément l'ISO 37.
- i) Laisser reposer le mélange pendant au moins 30 min mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529

**5.3.2.4 Méthode A3 — 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**

**5.3.2.4.1 Étape 1 — Mode opératoire de mélangeage initial**

- |  | <b>Durée<br/>(min)</b> | <b>Durée cumulée<br/>(min)</b> |
|--|------------------------|--------------------------------|
| a) Régler la température du mélangeur interne pour obtenir une température finale du mélange de 150 °C en environ 5 min. Fermer la porte de décharge, régler le rotor 8 rad/s (77 r/min), démarrer le rotor et relever le piston.  | 0                      | 0                              |
| b) Introduire le caoutchouc, oxyde de zinc, noir de carbone, l'huile et l'acide stéarique. Abaisser le piston.   | 0,5                    | 0,5                            |
| c) Laisser le mélange se faire.  | 2,5                    | 3,0                            |
| d) Relever le piston, nettoyer l'orifice d'entrée et le haut du piston. Abaisser le piston.  | 0,5                    | 3,5                            |
| e) Décharger le mélange lorsque la température atteint 150 °C ou après 5 min, selon le premier évènement se produisant.  | max. 1,5               | 5,0                            |
| -----  |                        |                                |
| Durée totale (max.) 5,0  |                        |                                |
| f) Faire passer immédiatement le mélange trois fois dans un mélangeur de laboratoire dont les cylindres sont écartés de 2,5 mm et à une température de 50 °C ± 5 °C. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si elle diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % ou +0,5 %, éliminer le mélange et en refaire un autre. |                        |                                |

- g) Laisser reposer le mélange pendant au moins 30 min mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.

#### 5.3.2.4.2 Étape 2 — Mode opératoire de mélangeage final à l'aide d'un mélangeur à cylindres

Un bourrelet convenable de caoutchouc entre les cylindres doit être maintenu pendant le mélangeage final. Si cela n'est pas obtenu avec les réglages d'écartement des cylindres spécifiés ci-après, de petits ajustements peuvent s'avérer nécessaires.

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 celle de la formule.

|  | Durée<br>(min) | Durée cumulée<br>(min) |
|--|----------------|------------------------|
| a) Régler la température du mélangeur à $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ et l'écartement des cylindres à 1,5 mm. Former le manchon de mélange-maître sur le cylindre lent et ajouter le soufre et les accélérateurs. Ne pas couper le manchon avant dispersion complète du soufre et de l'accélérateur. S'assurer d'ajouter tout ingrédient tombé dans le bac. | 1,0            | 1,0                    |
| b) Faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s entre chaque coupe.   | 2,0            | 3,0                    |
| c) Couper le mélange et le retirer du mélangeur. Régler l'écartement des cylindres à 0,8 mm et faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en l'introduisant alternativement par chaque extrémité.   | 2,0            | 5,0                    |
|  | Durée totale   | 5,0                    |
| d) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur d'environ 6 mm. Vérifier la masse du mélange (voir l'ISO 2393). Si la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % ou +0,5 %, miner le mélange et en refaire un autre.   |                |                        |
| e) Retirer suffisamment de matière pour un essai au rhéomètre.   |                |                        |
| f) Tirer le mélange en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ pour la préparation de plaques ou d'une épaisseur adaptée à la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneau.   |                |                        |
| g) Laisser reposer le mélange pendant au moins 30 min mais pas plus de 24 h, si possible à une température et une humidité normales comme définies dans l'ISO 23529.   |                |                        |

#### 5.3.3 Méthode B — Mélangeage au mélangeur à 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  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  pendant toute la durée du mélangeage.

Mélanger l'oxyde de zinc, l'acide stéarique, l'huile et le noir de carbone dans un récipient adéquat avant de commencer le mélangeage.

NOTE 1 Dans les formules 1, 2 et 4, l'ajout d'une partie de l'huile peut être différé à l'étape 5.3.3 c).