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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4097:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a45273a-deb9-4a51-adc1-071c2d7c287f/iso-4097-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a45273a-deb9-4a51-adc1-071c2d7c287f/iso-4097-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 4097:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a45273a-deb9-4a51-adc1-071c2d7c287f/iso-4097-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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 préparation de l'échantillon	2
5 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut	2
5.1 Indice consistométrique Mooney	2
5.2 Matières volatiles.....	2
5.3 Taux de cendres.....	2
6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation	2
6.1 Formules d'essai normalisées.....	2
6.2 Appareillage et mode opératoire.....	3
6.3 Modes opératoires de mélangeage.....	4
6.3.1 Généralités	4
6.3.2 Mélangeage par mélangeur interne de laboratoire pour les méthodes A1, A2, et A3	4
6.3.3 Méthode B — Mélangeage au mélangeur à cylindres.....	8
7 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation par un essai au rhéomètre	9
7.1 À l'aide d'un rhéomètre à disque oscillant.....	9
7.2 À l'aide d'un rhéomètre sans rotor.....	10
8 Évaluation des caractéristiques de contrainte-déformation en traction des mélanges d'essai vulcanisés	10
9 Fidélité	10
10 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Fidélité	12
Bibliographie	16

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 le lien suivant: 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 4097:2014), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les références normatives ont été mises à jour dans l'[Article 2](#), au [5.3](#), au [7.1](#) et au [10 d](#)), notamment le remplacement de l'ISO 247 par l'ISO 247-1 et l'ISO 247-2;
- les formules normalisées données dans l'ISO 4097:2007 avaient été conservées dans l'ISO 4097:2014, afin de laisser aux utilisateurs le temps de s'adapter aux formules d'essai normalisées; elles sont maintenant retirées du fait de la suppression de l'Annexe B de la précédente édition.

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 <https://www.iso.org/fr/members.html>.

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

ATTENTION — 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 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 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 4097:2020](#)
- 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 6502-1, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 1: Introduction*
- ISO 6502-2, *Caoutchouc — Mesure des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres — Partie 2: Rhéomètre à disque oscillant*
- 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 et définition ne figurent 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 <http://www.electropedia.org/>

4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

- 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 comme indiqué au 4.2 (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 caoutchoucs 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.

5.2 Matières volatiles

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

5.3 Taux de cendres

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

6 Préparation des mélanges d'essai pour l'évaluation

6.1 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;

- e) 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;
- f) 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 ^a	100,00 + y ^b	100,00 + z ^c
Acide stéarique	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Noir industriel de référence ^d	80,00	100,00	40,00	80,00	80,00	150,00
Huile ASTM 103 ^e	50,00	75,00	—	50,00 - x ^a	—	—
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 - C y c l o h e x y l - 2 - Mercaptobenzothiazile sulphénamide(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 ^b	262,00 + z ^c

^a 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.

^b 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.

^c 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.

^d Le noir industriel de référence courant (IRB) est utilisé.

^e Huile de masse volumique de 0,92 g/cm³. 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 du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO pour ce produit.

6.2 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.

6.3 Modes opératoires de mélangeage

6.3.1 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.

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

6.3.2.1 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.

6.3.2.2 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 Waring¹⁾ 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.

1) Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO pour ce produit.

	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 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 (maximum)		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.		
f) Faire passer le mélange six fois entre les cylindres, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un 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 % à +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.		

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

6.3.2.3.1 Mode opératoire de mélangeage initial

	Durée min	Durée cumulée 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. 0,5 3,5
Abaisser le piston.

e) Décharger le mélange lorsque la température atteint 150 °C ou après 5 min, selon le premier évènement se produisant. 1,5 maximum 5,0

Durée totale (maximum) 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 la masse du mélange diffère de la valeur théorique de plus de -1,5 % à +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.

6.3.2.3.2 Mode opératoire de mélange final

	Durée min	Durée cumulée 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 6.3.2.3.1 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.	1,5 maximum	2,0
Durée totale (maximum)	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 l'un 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 % à +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.		

6.3.2.4 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

6.3.2.4.1 Étape 1 — Mode opératoire de mélangeage initial

	Durée min	Durée cumulée 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.	1,5 maxi- mum	5,0
	Durée totale (maximum)	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 % à +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.		

6.3.2.4.2 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.