
Norme internationale



4097

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc éthylène-propylène-diène (EPDM) — Types à usage général non étendus à l'huile — Méthodes d'évaluation

Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) — Non-oil extended raw general purpose types — Evaluation procedures

Première édition — 1980-04-15

Voir ISO 2476

P.2

CDU 678.762.062 : 678.01

Réf. n° : ISO 4097-1980 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc synthétique, caoutchouc d'EPDM, essai physique, essai de vulcanisation, spécimen d'essai.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4097 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en juin 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni
Allemagne, R. F.	Espagne	Sri Lanka
Australie	France	Suède
Autriche	Hongrie	Tchécoslovaquie
Belgique	Irlande	Thaïlande
Bésil	Mexique	Turquie
Bulgarie	Pays-Bas	URSS
Canada	Pologne	USA
Corée, Rép. de	Roumanie	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Caoutchouc éthylène-propylène-diène (EPDM) — Types à usage général non étendus à l'huile — Méthodes d'évaluation

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie :

- a) les méthodes d'essai physiques et chimiques applicables au caoutchouc brut;
- b) la recette d'essai normalisée (ingrédients, l'appareillage et méthodes d'essai) pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs éthylène-propylène-diène (EPDM) à usage général, non étendus à l'huile. Cette recette peut ne pas s'appliquer à certains types à haute teneur en éthylène, pour lesquels des modifications peuvent s'avérer nécessaires.

2 Références

ISO 37, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*

ISO 247, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

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

ISO/R 289, *Détermination de la consistance des caoutchoucs naturels et synthétiques à l'aide du consistomètre à cisaillement.*

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1795, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.*

ISO 1796, *Caoutchouc brut — Préparation des échantillons.*¹⁾

cs ts

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

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

3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Un échantillon de masse 1 500 g environ doit être prélevé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1795.

3.2 La préparation de l'échantillon doit être effectuée conformément à l'ISO 1796.

4 Essais physiques et chimiques sur le polymère non vulcanisé

4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO/R 289, sur une partie de l'échantillon préparé comme indiqué en 3.2. Noter le résultat en ML 1 + 4 à 125 °C.

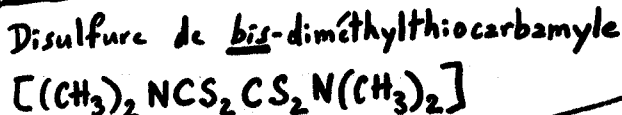
4.2 Matières volatiles

Déterminer les matières volatiles selon la méthode à l'étuve spécifiée dans l'ISO 248.

4.3 Taux de cendres

Déterminer le taux de cendres conformément à l'ISO 247.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 1796-1972.)



5 Recette d'essai normalisée

5.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai est donnée dans le tableau.

Les ingrédients utilisés dans les mélanges doivent être des produits de référence NBS¹⁾ dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux.

Ingrédients	Produits de référence NBS n°	Parties en masse
EPDM	—	100,0
Acide stéarique	372	1,0
Noir de four HAF*	378	80,0
Huile de pétrole du type ASTM 103 (naphtéinique)**	—	50,0
Oxyde de zinc	370	5,0
Soufre	371	1,5
Disulfure de tétraméthylthiourap (TMTD)	374	1,0
Mercaptobenzothiazol (MBT)	383	0,5
Total		239,0

* Le noir de référence IRB (Industry Reference Black) peut être utilisé à la place du NBS 378, mais il peut donner des résultats légèrement différents.

** Cette huile est fabriquée par Sun Oil Company, Industrial Products Department, 1608 Walnut Street, Philadelphia, Pennsylvania, 19103, USA. D'autres huiles, telles que Circosol 4240 ou Shellflex 724, peuvent être utilisées, mais peuvent donner des résultats légèrement différents.

L'huile du type 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, calculée d'après la viscosité en secondes à 37,8 °C et la densité à 15,5 °C, selon la formule

$$CVG = \frac{10 d - 1,0752 \log(V - 38)}{10 - \log(V - 38)}$$

où

relative
 d est la densité à 15,5 °C; *15,5/15,5 °C;*
 V est la viscosité Saybolt universel à 37,8 °C.

5.2 Mode opératoire

5.2.1 Appareillage et mode opératoire

L'appareillage et le mode opératoire pour le mélangeage la préparation et la vulcanisation du caoutchouc doivent être conformes à l'ISO 2393.

5.2.2 Méthodes de mélangeage

Deux méthodes de mélangeage sont spécifiées :

Méthode A — Pour la préparation du mélange, en utilisant le mélangeur à cylindres.

Méthode B — Pour la préparation du mélange maître, en utilisant le mélangeur interne, et pour la préparation du mélange final, en utilisant le mélangeur à cylindres.

NOTES

1 La description d'un mélangeur interne convenable est donnée dans l'annexe.

2 Le mélangeage des caoutchoucs éthylène-propylène-diène sur mélangeur à cylindres 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, il est conseillé d'employer la méthode B chaque fois qu'un tel appareil est disponible.

5.2.2.1 Méthode A — Mélangeage sur mélangeur à cylindres

a) 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 35 ± 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.

NOTE — Les écartements des cylindres devraient être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres.

	Durée (min)
b) Les cylindres étant écartés de 0,7 mm et la température étant maintenue à 35 °C, former le manchon sur le cylindre rapide	1,0

c) Ajouter lentement 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 du bourrelet.

Lorsque la moitié environ du mélange a été incorporée, régler l'écartement des cylindres à 1,3 mm et faire une coupe aux 3/4 de chaque côté du manchon.

Ajouter le reste du mélange, en écartant les cylindres jusqu'à 1,8 mm. Lorsque tout le mélange a été ajouté (y compris celui qui est tombé dans le bac), faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon 13,0

NOTE — Ne pas faire les coupes avant que tout le noir visible n'ait été incorporé.

d) Ajouter lentement les accélérateurs et le soufre sur toute la longueur du bourrelet, l'écartement toujours maintenu à 1,8 mm 3,0

e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, en attendant 15 s après chaque coupe 2,0

f) 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, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts, alternativement 2,0

Durée totale 21,0

g) Tirer en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange. Prélever une quantité suffisante pour faire des essais avec le rhéomètre.

h) Tirer en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ après le rétrécissement pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux **(voir ISO 2393)**.

i) Conditionner le mélange durant 2 à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, à une température normale de laboratoire (voir ISO 471).

5.2.2.2 Méthode B — Préparation du mélange-maître en utilisant le mélangeur interne et du mélange final, en utilisant le mélangeur à cylindres.

NOTE — Les écartements des cylindres doivent être réglés de manière qu'un bourrelet convenable de caoutchouc soit maintenu entre les cylindres.

5.2.2.2.1 Phase 1 — Mélangeage initial

Durée	Temps
(min)	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 min⁻¹), mettre le rotor en marche, lever le piston

b) Introduire le polymère, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile, l'acide stéarique. Abaisser le piston .	0,5	0,5
--	-----	-----

c) Laisser le lot se mélanger	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	5,0
---	-----	-----

(max.)

Durée totale (max.) 5,0

f) Transférer immédiatement le mélange sur un mélangeur à cylindres, les cylindres étant écartés de 2,5 mm et maintenus à une température de 50 ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange **(voir ISO 2393)**.

g) Laisser reposer le mélange durant au moins 30 min ou jusqu'à ce qu'il atteigne la température ambiante.

5.2.2.2.2 Phase 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres.

a) La masse, en grammes, du mélange mis en œuvre sur un mélangeur de laboratoire à cylindres normalisés doit être égale à deux fois la masse correspondant à la formule.

Durée	Temps
(min)	cumulatif
	(min)

b) Régler et maintenir les cylindres à une température de 50 ± 5 °C et à un écartement de 1,5 mm. Former le manchon de caoutchouc sur le cylindre lent et ajouter le soufre et les accélérateurs. Ne pas faire de coupes tant que le soufre et les accélérateurs ne sont pas complètement dispersés	1,0	1,0
---	-----	-----

c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, en laissant 15 s après chaque coupe	2,0	3,0
--	-----	-----

d) 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, en formant un rouleau et en l'introduisant par l'un ou l'autre des bouts, alternativement	2,0	5,0
---	-----	-----

Durée totale 5,0

e) Tirer en feuille d'une épaisseur de 6 mm environ et vérifier la masse du mélange. Prélever une quantité suffisante pour faire des essais consistométriques ou des essais avec le rhéomètre.

(voir ISO 2393).

f) Tirer en feuille d'une épaisseur de 2,2 mm environ après le rétrécissement pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable pour la préparation des éprouvettes ISO en forme d'anneaux (voir ISO 2393).

g) Conditionner le mélange durant 2 à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, à une température normale de laboratoire (voir ISO 471).

6 Détermination des caractéristiques de vulcanisation

6.1 Évaluation d'après les caractéristiques en traction

Vulcaniser les plaques à 160 °C, en choisissant trois durées de vulcanisation parmi les valeurs suivantes : 10, 20, 30 , 40 et 50 min.

NOTE — Les trois durées de vulcanisation doivent être choisies de manière que l'on obtienne des vulcanisats respectivement sous-vulcanisés, vulcanisés à l'optimum et survulcanisés.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 à 72 h, à une température normale de laboratoire (voir ISO 417).

et une humidité

Mesurer les caractéristiques en traction / conformément à l'ISO 37.

6.2 Évaluation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisé suivants :

M_L , M_H , t_{s1} , t'_c (50) et t'_c (90)

selon l'ISO 3417, en utilisant les conditions d'essai suivantes :

fréquence d'oscillation : 1,7 Hz (100 cycles par minute)

amplitude d'oscillation : 1° d'arc

sélectivité : à choisir pour donner au moins 75 % de la déviation totale à M_H

température de la matrice : 160 °C

$\pm 0,1$

durée de chauffage précédant l'oscillation : nulle

NOTE — Si des matrices («macrodiés») sont utilisées, une durée de chauffage de 1 min précédant l'oscillation est nécessaire.

Annexe

Mélangeur interne

A.1 Le mélangeur interne¹⁾ devrait avoir une capacité d'environ 1 000 cm³.

A.2 La(les) vitesse(s) du rotor, la pression du piston et l'agent de rafraîchissement du mélangeur interne devraient permettre au programme de temps/température indiqué en 5.2.2.2.1 de s'accomplir.

A.3 La masse du mélange devrait être égale à la capacité nominale, en centimètres cubes, du mélangeur interne, multipliée par la ~~densité~~ (environ 1,08 g/m³) plus 5 à 10 %.

masse volumique

ρ M

NOTE — Si l'on utilise un mélangeur ancien, la masse du mélange devra être ajustée en fonction du degré d'usure.

1) Un mélangeur interne de modèle B Banbury peut convenir pour cet usage. D'autres mélangeurs internes peuvent être utilisés, à condition que la masse du mélange, la température et la durée du mélangeage soient ajustées de manière que les résultats obtenus soient identiques.