

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
4097

Deuxième édition  
1988-12-15

Corrigée et  
réimprimée  
1990-02-15



---

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

---

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

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

## 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 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4097 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4097 : 1980). Les principales différences techniques de cette nouvelle édition de l'ISO 4097 par rapport à la précédente sont les suivantes :

- en 4.1, d'autres conditions de durée et de température sont rendues possibles pour déterminer la consistance Mooney;
- dans l'article 6, la possibilité est donnée d'utiliser une amplitude de 3° d'arc;
- dans l'article 7, la durée maximale de conditionnement des plaques vulcanisées a été portée à 96 h;
- un nouvel article «rapport d'essai» a été introduit en tant qu'article 8.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- les méthodes d'essai physiques et chimiques applicables aux caoutchoucs bruts;
- les ingrédients, la formule d'essai, l'appareillage et les méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques de vulcanisation des caoutchoucs éthylène-propylène-diène (EPDM) à usage général, non étendus à l'huile. Ces conditions peuvent ne pas s'appliquer à certains types à haute teneur en éthylène, pour lesquels des modifications peuvent s'avérer nécessaires.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication de cette norme, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 37 : 1977, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*

ISO 247 : 1978, *Caoutchouc — Détermination des cendres.*

ISO 248 : 1979, *Caoutchoucs bruts — Détermination des matières volatiles.*

ISO 289 : 1985, *Caoutchouc non vulcanisé — Détermination de la viscosité Mooney.*

ISO 471 : 1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1795 : 1974, *Caoutchouc brut en balles — Échantillonnage.*

ISO 1796 : 1982, *Caoutchoucs bruts — Préparation des échantillons.*

ISO 2393 : 1973, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO 3417 : 1977, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

## 3 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

3.1 Une pièce de masse 1 500 g environ doit être prélevée conformément à l'ISO 1795.

3.2 La préparation de la prise d'essai doit être effectuée conformément à l'ISO 1796.

## 4 Essais physiques et chimiques sur le caoutchouc brut

### 4.1 Consistance Mooney

Déterminer la consistance Mooney conformément à l'ISO 289, sur une prise d'essai préparée comme indiqué dans l'ISO 1796, mais avec la modification suivante: pendant l'opération d'homogénéisation préalable, la température de surface des cylindres du mélangeur doit être maintenue à  $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ . Noter le résultat en ML(1 + 4) à 125 °C.

D'autres conditions peuvent être utilisées: 100 °C ou 150 °C au lieu de 125 °C, et 8 min au lieu de 4 min, après accord entre les parties intéressées.

### 4.2 Matières volatiles

Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à la méthode à l'étuve prescrite dans l'ISO 248.

### 4.3 Taux de cendres

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

## 5 Confection du mélange d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs EPDM

### 5.1 Formule d'essai normalisée

La formule d'essai normalisée est donnée dans le tableau 1.

Les ingrédients doivent être des produits de référence NBS\*) , dont les numéros de référence sont donnés dans le tableau 1, ou des produits équivalents normalisés par les organismes nationaux ou internationaux.

**Tableau 1 — Formule d'essai normalisée pour l'évaluation des caoutchoucs EPDM**

Ingrédient	Produit de référence NBS N° de référence	Parties en masse
EPDM	—	100,00
Acide stéarique	372	1,00
Noir de carbone HAF <sup>1)</sup>	378	80,00
Huile du type ASTM 103 <sup>2)</sup>	—	50,00
Oxyde zinc	370	5,00
Soufre	371	1,50
Disulfure de tétraméthylthiurame (TMTD) <sup>3)</sup>	—	1,00
Mercaptobenzothiazole (MBT)	383	0,50
Total		239,00

1) 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.

2) Cette huile, de masse volumique 0,92 g/cm<sup>3</sup>, est fabriquée par la Sun Refining and Marketing Company, et est distribuée par R.E. Carroll Inc., P.O. Box 139, Trenton, NJ 08601, USA. Les demandes en provenance de l'étranger doivent être adressées à Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 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) mm<sup>2</sup>/s;
- constante de viscosité-gravité : 0,889 ± 0,002.

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

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

où

- $d$  est la densité relative à 15,5/15,5 °C;
- $v$  est la viscosité Saybolt Universal à 37,8 °C.

3) L'IRM 1 constitue un produit de référence normalisé pour le TMTD. Il peut être obtenu chez Forcoven Products Inc., P.O. Box 1556, Humble, Texas 77338, USA.

\*) National Bureau of Standards des USA.

## 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.

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

### 5.2.2 Méthodes de mélangeage

Deux méthodes de mélangeage sont prescrites :

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.

NOTE — Le mélangeage des caoutchoucs éthylène-propylène-diène sur mélangeur à cylindres, en utilisant la formule d'essai normalisée, 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, il est conseillé d'employer la méthode B chaque fois qu'un tel appareil est disponible.

#### 5.2.2.1 Méthode A — Préparation du mélange en utilisant le 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 °C ± 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.

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

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

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.

	Durée (min)
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, faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon .....	13
d) Ajouter lentement les accélérateurs et le soufre sur toute la longueur du bourrelet, l'écartement toujours maintenu à 1,8 mm.....	3
e) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, en attendant 15 s après chaque coupe.....	2
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
<b>Durée totale</b>	<b>21</b>

g) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre à disque oscillant.

h) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux.

i) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'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

Il faut maintenir un bourrelet convenable entre les cylindres pendant le mélangeage. Si les écartements de cylindres prescrits ci-après ne permettent pas d'obtenir ce résultat, ils doivent être légèrement modifiés.

##### 5.2.2.2.1 Phase 1 — Mélangeage initial

	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 t/min), mettre le rotor en marche, lever le piston	—	

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
b) Introduire le caoutchouc, l'oxyde de zinc, le noir de carbone, l'huile, 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
<b>Durée totale (max.)</b>	<b>5,0</b>	

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 °C ± 5 °C, et le faire passer trois fois entre les cylindres. Vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % 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, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

##### 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 normalisé doit être égale à deux fois la masse correspondant à la formule.

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)
b) Régler et maintenir les cylindres à une température de 50 °C ± 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 attendant 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
<b>Durée totale (max.)</b>	<b>5,0</b>	

e) Tirer en feuille d'épaisseur 6 mm environ et vérifier la masse du mélange (voir ISO 2393). Si celle-ci diffère de plus de 0,5 % de la valeur théorique, rejeter ce mélange et en refaire un autre. Prélever une quantité suffisante pour effectuer les essais au rhéomètre à disque oscillant.

f) Tirer en feuille d'épaisseur 2,2 mm environ pour la préparation des plaques, ou d'une autre épaisseur convenable afin de préparer des éprouvettes ISO en forme d'anneaux.

g) Conditionner le mélange durant 2 h à 24 h, après le mélangeage et avant la vulcanisation, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

## 6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de l'essai au rhéomètre à disque oscillant

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants :

$M_L$ ,  $M_H$ ,  $t_{S1}$ ,  $t'_C(50)$  et  $t'_C(90)$

conformément à 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

Une amplitude d'oscillation de 3° d'arc est autorisée comme alternative.

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

NOTE — Avec certains caoutchoucs, 75 % ne peut être atteint.

température de la matrice : 160 °C ± 0,3 °C

durée de chauffage précédant l'oscillation : nulle

## 7 Évaluation des caractéristiques de traction-allongement des mélanges d'essai vulcanisés

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

Les trois durées de vulcanisation doivent être choisies de manière qu'on obtienne des vulcanisats respectivement sous-vulcanisés, optimaux et survulcanisés du caoutchouc en essai.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h, si possible à température et humidité normales prescrites dans l'ISO 471.

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

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) formule d'essai normalisée utilisée;
- d) produits de référence utilisés;
- e) méthode de mélangeage utilisée en 5.2.2;
- f) durées de vulcanisation utilisées dans l'article 7;
- g) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- h) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- i) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- j) date de l'essai.

## Annexe A (normative)

### Mélangeur interne

NOTE — Cette annexe sera supprimée après publication de la deuxième édition de l'ISO 2393, qui prescrira l'emploi de mélangeurs internes.

**A.1** Le mélangeur interne<sup>1)</sup> doit avoir une capacité d'environ 1 000 cm<sup>3</sup>.

**A.2** La(les) vitesse(s) du rotor, la pression du piston et le courant de refroidissement du mélangeur interne doivent être

réglés de façon à permettre la réalisation du programme temps/température prescrit en 5.2.2.2.1.

**A.3** La masse, en grammes, du mélange doit être comprise entre 1,05 et 1,10 fois la capacité nominale, en centimètres cubes, du mélangeur interne, multipliée par la masse volumique, en grammes par centimètre cube, du mélange froid.

NOTE — Si l'on utilise un mélangeur ancien, il convient d'ajuster la masse du mélange 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.