

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4097

Troisième édition
1991-11-15

**Caoutchouc éthylène-propylène-diène
(EPDM) — Types à usage général — Méthode
d'évaluation**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

ISO 4097:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c7061b9-0e81-4eed-b273-10fb948be0de/iso-4097-1991>

NORME

ISO



Numéro de référence
ISO 4097:1991(F)

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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4097:1988), dont l'article 1, le paragraphe 5.1, le tableau 1 et l'article A.3 ont fait l'objet d'une révision technique, en ce sens que le domaine d'application a été étendu aux types de caoutchouc EPDM à usage général étendus à l'huile et, par conséquent, trois nouvelles formules d'essai normalisées (2, 3 et 4) ont été ajoutées.

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

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Caoutchouc éthylène-propylène-diène (EPDM) — Types à usage général — 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, les formules 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, y compris les types étendus à l'huile.

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, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente 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 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres.*

ISO 248:1991, *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 3417:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.*

ISO 6502:1991, *Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide de rhéomètres sans rotor.*

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c7061b9-0e81-4eed-b273-10fb948be0de/iso-4097-1991>

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. Si une homogénéisation préalable est nécessaire, maintenir la température de surface des cylindres de l'outil 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 la méthode A ou la méthode B de l'ISO 247.

5 Confection des mélanges d'essai pour l'évaluation des caoutchoucs EPDM

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 % en masse;
- la formule 2 s'applique aux EPDM non étendus à l'huile dont la teneur en éthylène dépasse 67 % 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 au moins égale à 80 parties d'huile pour 100 parties de caoutchouc, en masse.

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

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-maitre en utilisant le mélangeur interne, et pour la préparation du mélange final en utilisant le mélangeur à cylindres.

NOTE 1 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, il est conseillé d'employer la méthode B chaque fois qu'un tel appareil est disponible.

*) National Institute of Standards and Technology (autrefois National Bureau of Standards) des USA.

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

Ingrédient	Produit de référence NIST N° de référence	Formule d'essai			
		1	2	3	4
		Parties en masse			
EPDM	—	100,00	100,00	100,00 + Y ¹⁾	100,00 + Z ²⁾
Acide stéarique	372	1,00	1,00	1,00	1,00
Noir de carbone HAF ³⁾	378	80,00	100,00	80,00	150,00
Huile du type ASTM 103 ⁴⁾	—	50,00	75,00	50,00 - Y ¹⁾	—
Oxyde de zinc	370	5,00	5,00	5,00	5,00
Soufre	371	1,50	1,50	1,50	1,50
Disulfure de tétraméthylthiurame (TMTD) ⁵⁾	—	1,00	1,00	1,00	1,00
Mercaptobenzothiazole (MBT)	383	0,50	0,50	0,50	0,50
Total		239,00	284,00	239,00 + (Y - 50) si Y > 50	259,00 + Z

1) «Y» représente, 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, ne pas ajouter d'huile à la formule 3. Dans ce cas, la masse totale de cette formule dépassera 239.

2) «Z» représente le nombre de parties d'huile, en masse, pour 100 parties du caoutchouc de base, pour les types de caoutchoucs étendus par au moins 80 parties d'huile.

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

4) Cette huile, de masse volumique 0,92 g/cm³, 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 mm²/s ± 1,2 mm²/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:

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

où

d est la densité relative à 15,5/15,5 °C;

v est la viscosité Saybolt Universal à 37,8 °C.

5) 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.

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 $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant toute la durée du mélangeage. Mélanger l'oxyde de zinc, l'acide stéarique, l'huile et le noir de carbone dans un récipient 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)	Temps cumulatif (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	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, faire deux coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon.

13,0	14,0
------	------

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

3,0	17,0
-----	------

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

Durée (min)	Temps cumulatif (min)
2,0	19,0

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	21,0
-----	------

Durée totale 21,0

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.

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

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 tr/min), mettre le rotor en marche, lever le piston.

—

	Durée (min)	Temps cumulatif (min)		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	b) Régler et maintenir les cylindres à une température de $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ 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) Laisser travailler le mélange.	2,5	3,0	c) Faire trois coupes aux 3/4 de chaque côté du manchon, en attendant 15 s après chaque coupe.	2,0	3,0
d) Relever le piston, et nettoyer le col du mélangeur et le haut du piston. Abaisser le piston.	0,5	3,5	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
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 (max.)		5,0	Durée totale		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 $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$, 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.			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.		
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.			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.		
5.2.2.2.2 Phase 2 — Mélangeage final sur mélangeur à cylindres			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.		
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.					
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.					

6 Évaluation des caractéristiques de vulcanisation à l'aide d'un essai au rhéomètre

Mesurer les paramètres d'essai normalisés suivants:

M_L , M_H (au bout d'une durée déterminée), t_{s1} , $t'_c(50)$ et $t'_c(90)$

conformément à l'ISO 3417 ou à l'ISO 6502, 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 2 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 sur-vulcanisés du caoutchouc en essai.

Conditionner les plaques vulcanisées durant 16 h à 96 h, à une température normale et, si possible, à une humidité normale, 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:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;
- durée et température utilisées pour mesurer la consistance Mooney, et s'il y a eu homogénéisation préalable;
- méthode employée pour déterminer le taux de cendres (méthode A ou B de l'ISO 247);
- formule d'essai normalisée utilisée;
- produits de référence utilisés;
- méthode de mélangeage utilisée en 5.2.2;
- conditions utilisées pour le conditionnement en 5.2.2.1 i), ou 5.2.2.2.1 g) et 5.2.2.2.2 g);
- pour l'article 6:
 - norme de référence utilisée,
 - durée au bout de laquelle M_H a été mesuré,
 - amplitude d'oscillation utilisée;
- durées de vulcanisation utilisées dans l'article 7;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- 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;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- date de l'essai.

Annexe A (normative)

Mélangeur interne

NOTE 3 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 interne¹⁾ doit avoir une capacité d'environ 1 000 cm³.

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 4 Si l'on utilise un mélangeur ancien, il convient d'ajuster la masse du mélange en fonction du degré d'usure.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4097:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c7061b9-0e81-4eed-b273-10fb948be0de/iso-4097-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4c7061b9-0e81-4eed-b273-10fb948be0de/iso-4097-1991>

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.