

NORME
INTERNATIONALE

ISO
813

Troisième édition
1997-02-15

**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Détermination de
l'adhérence à un substrat rigide —
Méthode par pelage à angle droit
(standards.iteh.ai)**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of adhesion to a
rigid substrate — 90° peel method*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/spe/42000/812-4f5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997>



Numéro de référence
ISO 813:1997(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 813 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais physiques et de dégradation*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 813:1986), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet central@isocs.iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de l'adhérence à un substrat rigide — Méthode par pelage à angle droit

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la force d'adhérence d'un caoutchouc, vulcanisé ou thermoplastique, collé à un substrat rigide, utilisant une éprouvette comprenant une bande de caoutchouc collée à une plaque individuelle de substrat rigide.

La méthode est applicable principalement aux éprouvettes préparées en laboratoire, dans des conditions déterminées, afin d'obtenir des données utilisables pour le choix des compositions de caoutchouc ou des systèmes adhésifs, l'élaboration de tels matériaux et le contrôle des procédés de fabrication.

NOTE — Cette méthode ne convient pas pour des caoutchoucs de dureté élevée.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4f5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997>

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 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai.*

ISO 3383:1985, *Caoutchouc — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais.*

ISO 4648:1991, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des dimensions des éprouvettes et des produits en vue des essais.*

ISO 5893:1993, *Appareils d'essai du caoutchouc et des plastiques — Types pour traction, flexion et compression (vitesse de translation constante) — Description.*

3 Principe

La force nécessaire pour provoquer le décollement d'une bande de caoutchouc collée sur la surface d'un substrat rigide est mesurée, l'angle de séparation étant de 90°, la largeur et l'épaisseur du caoutchouc et du matériau rigide étant fixées dans des limites prescrites.

4 Appareillage

4.1 Machine d'essai de traction, conforme aux prescriptions de l'ISO 5893, à même de mesurer une force avec une précision correspondant à la classe B telle qu'elle est définie dans l'ISO 5893, et ayant une vitesse de translation de la mâchoire mobile de $50 \text{ mm/min} \pm 5 \text{ mm/min}$.

NOTE — Les dynamomètres à inertie (du type pendulaire) tendent à donner des résultats qui diffèrent en raison des effets de frottement et d'inertie. Les dynamomètres à basse inertie (par exemple du type à lecteur électronique ou optique), pour lesquels ces effets n'interviennent pas, sont donc à utiliser de préférence.

4.2 Dispositif de fixation, permettant d'assujettir l'éprouvette à la mâchoire mobile de la machine d'essai (4.1) de façon que l'effort de traction provoquant le décollement soit à tout moment de l'essai aussi perpendiculaire que possible au plan de l'interface entre caoutchouc et substrat rigide, c'est-à-dire qu'il soit appliqué en faisant un angle de 90° avec le plan frontal de ce dispositif.

Un dispositif de fixation convenable est représenté à la figure 1.

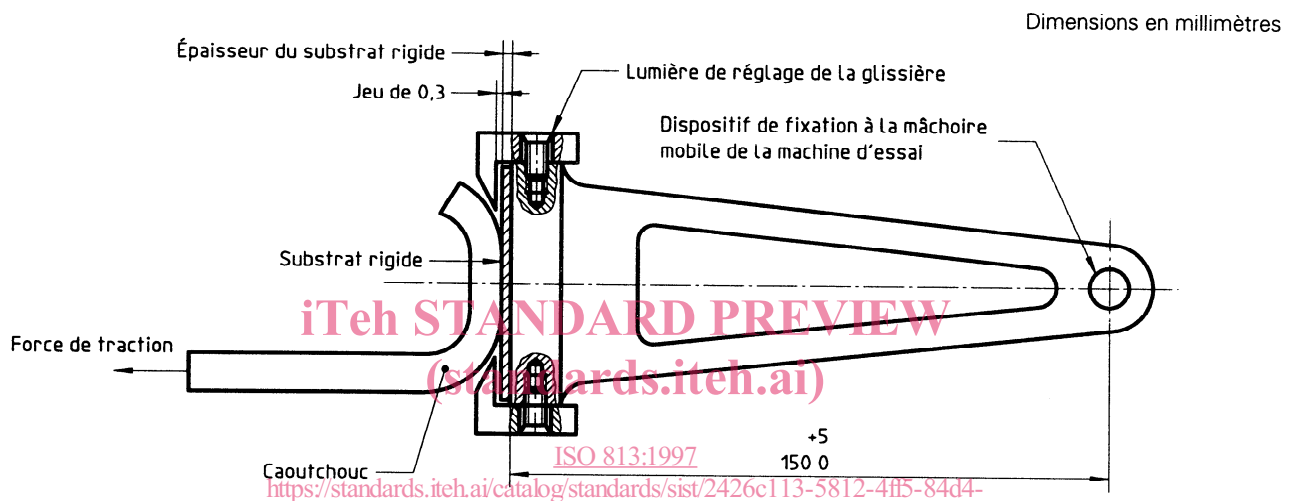


Figure 1 — Exemple de dispositif de fixation

4.3 Mâchoire de serrage, conçue de façon à ne permettre aucun glissement et ne provoquer aucune rupture du caoutchouc.

4.4 Enceinte thermostabilisée, conforme à l'ISO 3383, permettant de réaliser les essais à des températures comprises entre -70°C et $+250^\circ\text{C}$, avec les tolérances fixées dans l'ISO 471.

5 Éprouvettes

5.1 Dimensions

L'éprouvette normalisée doit être constituée d'une large bande de caoutchouc ayant une épaisseur de $6 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, une largeur de $25 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, une longueur de 125 mm , collée sur une surface carrée de 25 mm de longueur et 25 mm de largeur à une plaque du substrat rigide, la détermination des dimensions de l'éprouvette étant effectuée conformément à l'ISO 4648.

Le substrat doit avoir une épaisseur suffisante pour éviter toute déformation ou rupture au cours de l'essai: une épaisseur de $1,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ est recommandée pour les métaux, mais une épaisseur plus importante peut être nécessaire dans le cas d'un plastique ou d'un autre matériau. La largeur doit être de $25 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ et la longueur de $60 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$.

Chaque éprouvette doit être préparée de façon que la partie collée, d'une longueur de 25 mm et d'une largeur de $25 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$, soit approximativement située au milieu de la plaque du substrat comme représenté à la figure 2.

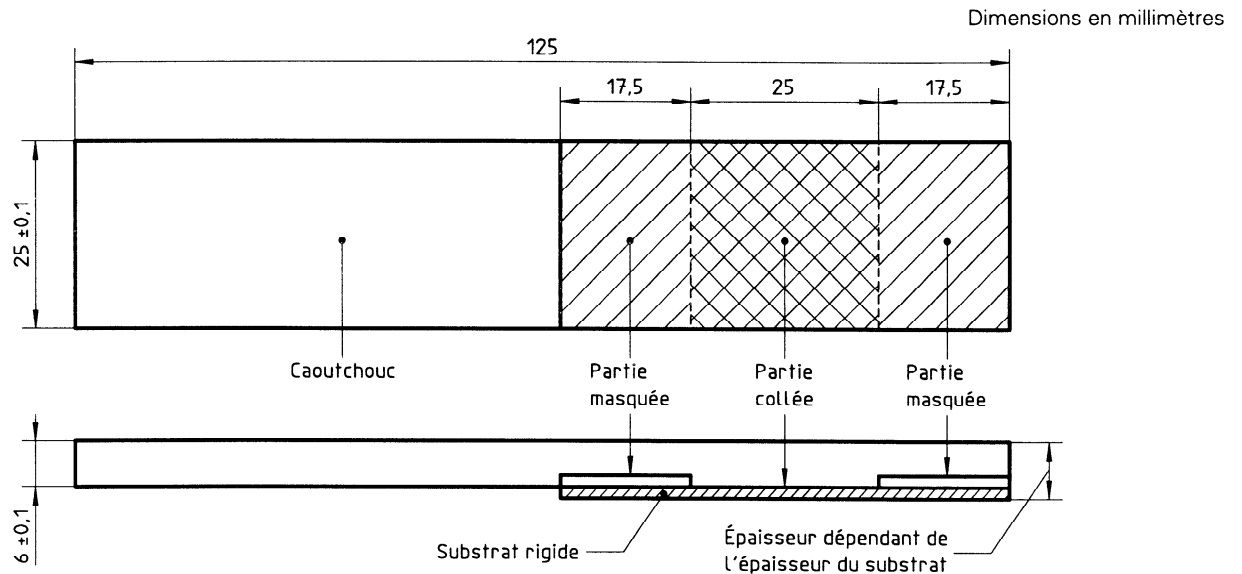


Figure 2 — Éprouvette normalisée

5.2 Préparation

5.2.1 Deux types de moules peuvent être utilisés pour la préparation des éprouvettes: les moules pour plusieurs éprouvettes ou les moules pour des éprouvettes individuelles.

5.2.1.1 Lorsque les éprouvettes sont réalisées en utilisant un seul type de caoutchouc et un seul type de système adhésif, on peut utiliser un moule pour plusieurs éprouvettes. La dimension intérieure du moule, prise parallèlement à l'axe longitudinal de la plaque de substrat, doit être de 125 mm. La dimension correspondant à l'axe transversal de la plaque de substrat peut varier selon le nombre d'éprouvettes à préparer en une seule fois. La dimension perpendiculaire aux axes longitudinal et transversal du substrat peut être réglée, par exemple au moyen de plaques métalliques d'épaisseurs différentes, dépendant de l'épaisseur de la plaque de substrat de façon à préserver une profondeur de $6 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ pour le caoutchouc.

5.2.1.2 Lorsqu'une seule éprouvette est réalisée à partir d'un caoutchouc donné, un moule tel que celui décrit en 5.2.1.1 doit être utilisé, sauf que la dimension correspondant à l'axe transversal doit être réduite à la largeur de l'éprouvette.

5.2.2 Lors de l'essai de caoutchouc non vulcanisé ou thermoplastique, découper des ébauches d'épaisseur suffisante aux dimensions requises pour le moule (longueur 125 mm, largeur correspondant au nombre d'éprouvettes à préparer) de façon à assurer la pression maximale entre le caoutchouc et le substrat pendant la préparation de l'éprouvette.

5.2.3 Au cours de la préparation de l'éprouvette, apporter un soin tout particulier à préserver les surfaces devant être collées de toute contamination par poussières, humidité et autres matières étrangères.

5.2.3.1 Préparer, selon le procédé requis par le système adhésif en cours d'étude, la surface à coller des plaques de substrat ayant les dimensions prescrites en 5.1. Marquer les deux extrémités par un ruban adhésif sensible à la pression de façon à limiter le collage à la zone prescrite en 5.1.

5.2.3.2 Nettoyer la surface du caoutchouc à coller, à l'aide d'un solvant ou d'une autre technique, selon ce qui est requis par le système adhésif en cours d'étude.

5.2.3.3 Appliquer l'adhésif et assembler les plaques de substrat et les ébauches de caoutchouc. Mettre l'assemblage dans le moule, les plaques de substrat au-dessous. Lorsque plusieurs éprouvettes sont préparées en

même temps, disposer les plaques de substrat avec un intervalle d'environ 3 mm pour permettre la séparation ultérieure des éprouvettes.

5.2.4 Dans le cas d'un caoutchouc collé au moyen d'un adhésif thermocollant, effectuer la vulcanisation et/ou le collage en chauffant le moule sous pression dans une presse adéquate pendant la durée et à la température requises par le système en cours d'étude.

Prendre de grande précautions au moment du démoulage des éprouvettes pour ne pas soumettre les surfaces collées à des contraintes inutiles avant que les éprouvettes soient refroidies.

NOTE — Lorsque le substrat utilisé est un matériau thermoplastique, en cas de besoin, la plaque peut être chauffée à une température au-dessus du point de ramollissement pour garantir l'adhésion. Lorsque le substrat est un polymère thermodurcissable, le matériau de départ peut, dans certains cas être un prépolymère de faible viscosité à la température de préparation de l'éprouvette, la polymérisation étant menée à terme au cours de l'opération. Le moule et la pression de moulage devront également être adaptés à de tels cas.

5.2.5 Lorsque plusieurs éprouvettes sont préparées en même temps, séparer les éprouvettes les unes des autres en vue de l'essai. Effectuer cette opération par découpage au moyen de ciseaux, d'un couteau ou de tout autre outil approprié. Les bords de chaque éprouvette peuvent ensuite être meulés sur une bande abrasive de façon à faire coïncider le bord de la bande de caoutchouc avec le bord de la plaque de substrat. Prendre soin d'éviter tout échauffement de l'éprouvette et de ne pas réduire la largeur de l'éprouvette hors des tolérances permises.

5.3 Nombre

Quatre éprouvettes doivent être soumises à l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

5.4 Conditionnement avant essai

Le délai entre la préparation des éprouvettes et l'essai doit être conforme aux prescriptions de l'ISO 471. Il doit être d'au moins 16 h après le moulage.

ISO 813:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4f5-84d4-4930474d1748/iso-813-1997>

Conditionner les éprouvettes conformément aux prescriptions de l'ISO 471 durant au moins 16 h à une température normale de laboratoire ($23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ou $27\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) immédiatement avant l'essai.

Lorsqu'une température d'essai différente de la température normale de laboratoire est requise, effectuer un conditionnement supplémentaire à cette température durant un temps suffisant pour que les matériaux atteignent la température requise. L'ISO 3383 donne des indications sur les durées de conditionnement permettant d'atteindre l'équilibre de température.

6 Température d'essai et humidité

Sans autre prescription, effectuer les essais à température normale de laboratoire et à humidité normale de laboratoire, telles qu'elles sont prescrites dans l'ISO 471.

Lorsque d'autres températures d'essai sont requises, les choisir dans toute la mesure du possible, parmi celles recommandées dans l'ISO 471.

Utiliser la même température tout au long d'un essai ou d'une série d'essais destinés à être comparés.

7 Mode opératoire

7.1 Monter une éprouvette centrée dans le dispositif de fixation (4.2), l'extrémité à séparer étant orientée du côté de l'opérateur. Avant d'appliquer la charge, séparer à l'aide d'un couteau bien aiguisé le caoutchouc du substrat sur une longueur d'environ 1,5 mm. Placer l'extrémité libre de la bande de caoutchouc dans la mâchoire de serrage (4.3). Dans le cas d'essais à une température différente de la température normale de laboratoire, conserver l'éprouvette dans l'enceinte thermorégulée (4.4) durant un temps suffisant après fermeture de l'enceinte pour que l'éprouvette atteigne la température requise. Mettre ensuite la mâchoire de la machine d'essai de traction en

mouvement à une vitesse de 50 mm/min \pm 5 mm/min jusqu'à ce que la séparation soit complète. Noter la force maximale nécessaire pour provoquer la séparation.

NOTE — D'autres vitesses peuvent être utilisées pour examiner le comportement viscoélastique de la collure (voir annexe A). En pareil cas, l'emploi d'incrément logarithmiques de la vitesse de séparation est recommandé.

7.2 On peut aussi enregistrer automatiquement la force d'adhérence sur toute la longueur de l'éprouvette.

7.3 Au cours de l'essai, séparer le caoutchouc du substrat à l'aide du couteau lorsque le caoutchouc a tendance à se déchirer.

8 Expression des résultats

8.1 Force d'adhérence

Calculer la force d'adhérence, en newtons par millimètre, en divisant la force maximale, en newtons, notée en 7.1 par la largeur, en millimètres, de l'éprouvette.

8.2 Symboles caractérisant le décollement

Estimer le type de décollement en utilisant les symboles suivants:

- R lorsque la rupture se produit dans le caoutchouc.
- RC lorsque la rupture se produit à l'interface entre le caoutchouc et la couche d'adhésif.
- CP lorsque la rupture se produit à l'interface entre la couche d'adhésif et le primaire (s'il est utilisé).
- PS lorsque la rupture se produit à l'interface entre le primaire et le substrat.
- CS lorsque la rupture se produit à l'interface entre la couche d'adhésif et le substrat (en l'absence de primaire).
- D lorsque la rupture se produit à l'interface entre le caoutchouc et le substrat dans le cas d'une adhésion directe, c'est-à-dire en l'absence d'adhésif.
- S lorsque la rupture se produit dans le substrat.

9 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible pour cette méthode.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- c) résultats, exprimés conformément à l'article 8;
- d) description du (des) type(s) de rupture, exprimé(s) conformément à 8.2, en indiquant le pourcentage de chaque type de décollement;
- e) description de l'éprouvette, ses constituants et méthode utilisée pour les coller ensemble;
- f) date de préparation de l'éprouvette et, le cas échéant, de ses constituants;
- g) conditions dans lesquelles les éprouvettes ont été assemblées avant l'essai;
- h) température d'essai;
- i) vitesse d'essai;
- j) date de l'essai;
- k) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de la détermination.

Annexe A (informative)

Analyse du comportement viscoélastique de la collure

Lorsque, pour un système donné, des essais sont réalisés à différentes vitesses et différentes températures pour conduire à une meilleure compréhension du comportement viscoélastique de la collure, encadrant la transition entre la rupture cohésive et la rupture adhésive de l'éprouvette, la force d'adhérence (8.1) peut être représentée graphiquement en fonction de la vitesse à chaque température. Les résultats sont alors reportés sur un diagramme semi-logarithmique, la force d'adhérence en ordonnée sur une échelle linéaire et la vitesse en abscisse sur une échelle logarithmique. Toutes les isothermes peuvent figurer sur le même graphique.

NOTE — Ces données sont généralement soumises à un traitement ultérieur, reposant sur l'hypothèse d'un certain degré d'équivalence entre la dépendance temporelle et la dépendance thermique des mécanismes de relaxation des caoutchoucs (la transformation de Williams, Landel et Ferry). Il est donc possible de tracer une courbe maîtresse unique représentant pour une température normale, le comportement de l'adhérence sur une échelle des vitesses beaucoup plus large que celle accessible expérimentalement, et faisant apparaître la transition entre les deux modes de rupture. La technique de traitement des données utilisées n'est pas particulière au comportement de l'adhérence et n'est donc pas décrite ici. Pour de plus amples informations, le lecteur peut se reporter aux publications listées dans l'annexe B.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 813:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4f5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4f5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997>

Annexe B (informative)

Bibliographie

- [1] WILLIAMS, M.L., LANDEL, R.F., et FERRY, J.D., The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids, *J. Am. Chem. Soc.*, 77 (1955), p. 3701.
- [2] FERRY, J.D., Dependence of viscoelastic behavior on temperature and pressure in *Viscoelastic Properties of Polymers*, J. Wiley, New York, 3rd edition, 1980; p. 264.
- [3] AKLONIS, J.J., et MAC KNIGHT W.J., Time-temperature correspondance in *Introduction to Polymer Viscoelasticity*, J. Wiley, New York, 2nd edition, 1983, p. 46.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 813:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4ff5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2426c113-5812-4ff5-84d4-d55b477a9d79/iso-813-1997>