
**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Détermination de la
relaxation de contrainte en
compression —**

Partie 1:
Essais à température constante

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of stress
relaxation in compression —*

Part 1: Testing at constant temperature

ISO 3384-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Éprouvette	4
6.1 Type et préparation de l'éprouvette	4
6.2 Mesurage des dimensions des éprouvettes	4
6.3 Nombre d'éprouvettes	4
6.4 Délai entre fabrication et essais	4
6.5 Conditionnement des éprouvettes	5
7 Durée, température et liquide d'essai	5
7.1 Durée de l'essai	5
7.2 Température d'exposition	5
7.3 Liquides d'immersion	5
8 Mode opératoire	6
8.1 Préparation	6
8.2 Mesurage de l'épaisseur	6
8.3 Méthode A	6
8.4 Méthode B	7
9 Expression des résultats	7
10 Fidélité	8
11 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Fidélité	9
Annexe B (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité	11
Annexe C (normative) Programme d'étalonnage	12
Bibliographie	13

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 3384-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Elle annule et remplace l'ISO 3384:2005, qui a fait l'objet d'une révision technique. En outre, le numéro a été changé en ISO 3384-1. L'ISO 3384-1 traite de la détermination de la relaxation en compression à température constante, alors que l'ISO 3384-2 donne des méthodes pour la détermination de la relaxation en compression combinée avec des cycles de température.

L'ISO 3384 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la relaxation de contrainte en compression*:

- *Partie 1: Essais à température constante*
- *Partie 2: Essais avec cycles de température*

Introduction

Lorsque le caoutchouc est comprimé sous déformation constante, la force nécessaire au maintien de cette déformation n'est pas constante mais diminue avec le temps; ce comportement est appelé «relaxation de contrainte». Réciproquement, lorsque le caoutchouc est soumis à une contrainte constante, il se produit une déformation qui croît avec le temps; ce comportement est appelé «fluage».

Le processus à l'origine de la relaxation de contrainte peut être de nature physique ou chimique, les deux types de processus se produisant simultanément dans des conditions normales. Cependant, aux températures normales ou basses et/ou à court terme, la relaxation de contrainte est principalement due aux processus physiques, alors qu'à hautes températures et/ou à long terme, les processus chimiques sont prédominants.

Lorsqu'il s'agit d'étudier la durée de vie d'un matériau, celle-ci peut être déterminée grâce à l'essai de vieillissement artificiel en étuve à air décrit dans l'ISO 11346 (voir la Bibliographie).

Outre la nécessité de spécifier les températures et les durées à respecter dans un essai destiné à déterminer la relaxation de contrainte, il est également nécessaire de spécifier la contrainte initiale ainsi que l'historique mécanique de l'éprouvette dans la mesure où cela peut aussi avoir une incidence sur la relaxation de contrainte mesurée, et plus particulièrement pour les caoutchoucs chargés.

Pour garantir une bonne répétabilité et une bonne reproductibilité des essais de détermination de la relaxation de contrainte, le facteur le plus déterminant est de maintenir la température et la compression constantes lors de la réalisation des mesurages.

[ISO 3384-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011>

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la relaxation de contrainte en compression —

Partie 1: Essais à température constante

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente partie de l'ISO 3384 connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 3384 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, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente partie de l'ISO 3384 peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application (standards.iteh.ai)

La présente partie de l'ISO 3384 spécifie deux méthodes de détermination de la diminution de la force de réaction exercée par une éprouvette de caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique comprimée sous déformation constante et maintenue ainsi à une température d'essai prédéterminée. La force de réaction peut être déterminée au moyen d'un système de mesure continue ou d'un système de mesure discontinue.

Deux formes d'éprouvette sont permises: éprouvettes cylindriques et annulaires. Les résultats diffèrent en fonction de la forme et de la taille de l'éprouvette, et la comparaison des résultats reste limitée aux éprouvettes de taille et de forme similaires.

L'utilisation d'éprouvettes annulaires convient tout particulièrement à la détermination de la relaxation de contrainte dans des environnements liquides.

La présente partie de l'ISO 3384 traite uniquement des essais à température constante, ambiante ou élevée. Les essais à des températures inférieures à la température normale de laboratoire ne sont pas spécifiés. Les méthodes ont été mises en œuvre pour des essais à basse température, mais leur fiabilité n'est toutefois pas prouvée dans ces conditions.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 37:2011, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 188:2011, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur*

ISO 1817, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de l'action des liquides*

ISO 3601-1:2008, *Transmissions hydrauliques et pneumatiques — Joints toriques — Partie 1: Diamètres intérieurs, sections, tolérances et codes d'identification dimensionnelle*

ISO 18899:2004, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

ISO 23529:2010, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 relaxation de contrainte en compression
réduction de la force de compression, exprimée en pourcentage de la force initiale, qui se produit avec le temps après application d'une déformation constante par compression

4 Principe

Une éprouvette de caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique est comprimée sous déformation constante et maintenue à une température d'essai prédéterminée. Ensuite, la diminution de la force de réaction est mesurée.

Dans la méthode A, la compression est appliquée et tous les mesurages de la force de réaction sont effectués à la température d'essai.

Dans la méthode B, la compression est appliquée et tous les mesurages de la force de réaction sont effectués à la température normale de laboratoire. Les éprouvettes sont conservées à la température d'essai.

L'essai peut être réalisé dans un environnement gazeux ou liquide.

Les deux méthodes de mesure A et B ne donnent pas les mêmes valeurs de relaxation de contrainte, et il convient d'éviter la comparaison des valeurs obtenues par ces deux méthodes. La méthode choisie pour utilisation dépend du but de l'essai. Par conséquent, pour les études fondamentales et dans les applications où l'étanchéité à des températures élevées pose un problème, la méthode A peut être privilégiée, alors que dans les applications où les cycles thermiques avec passage d'une température normale à une température élevée posent problème, il est préférable de choisir la méthode B.

NOTE D'autres méthodes peuvent être utilisées pour des besoins spécifiques, comme celle qui consiste à appliquer la force de compression à la température normale de laboratoire et de procéder à tous les mesurages de la force de réaction à une température différente.

5 Appareillage

5.1 Dispositif de compression, comprenant deux plaques parallèles, planes, parfaitement polies et en acier chromé ou inoxydable ou en matériau différent résistant à la corrosion, entre les faces desquelles les éprouvettes sont comprimées. La planéité, la rugosité de surface, le parallélisme et la rigidité des plaques constituent dans leur ensemble des facteurs importants.

Les surfaces des plaques de compression doivent être rectifiées et polies. Les plaques de compression doivent être planes et parallèles et ne doivent subir aucune déformation lorsque la charge d'essai est appliquée.

NOTE Un fini de surface donnant un profil de rugosité R_a (voir l'ISO 4287) d'au plus $0,4 \mu\text{m}$ s'est avéré approprié. Un tel profil de rugosité R_a peut être obtenu par une opération de rectification ou de polissage.

Lorsque l'appareillage est assemblé sans mise en place d'une éprouvette, l'écart entre les plaques ne doit pas varier de plus de $\pm 0,01 \text{ mm}$.

Lorsque le montage d'essai est soumis à la charge d'essai avec une éprouvette entre les plaques, aucune plaque de compression ne doit fléchir de plus de $0,01 \text{ mm}$.

La taille des plaques doit être suffisante pour, qu'une fois comprimée, l'éprouvette soit entièrement maintenue dans les limites des plaques et pour qu'elle puisse se dilater librement latéralement.

Pour les éprouvettes annulaires, les plaques doivent être percées de trous d'au moins 2 mm de diamètre dans leur partie centrale, afin d'assurer une égale répartition de la pression et une circulation du fluide à l'intérieur de l'éprouvette en forme d'anneau.

Il doit être possible de relier le dispositif de compression à un appareillage approprié permettant de comprimer l'éprouvette au taux de compression et à la vitesse spécifiés, et de mesurer la force de réaction exercée par l'éprouvette comprimée avec une précision de 1% de la valeur mesurée.

Le dispositif doit permettre d'appliquer et de maintenir la compression tout au long de la durée de l'essai, et il doit être possible de le conserver dans une étuve à la température d'essai spécifiée. Des précautions doivent être prises pour s'assurer de l'absence de toute déperdition de chaleur au niveau de l'éprouvette, par exemple par conduction à travers les parties métalliques en contact avec l'extérieur de l'étuve.

5.2 Dispositif de mesure de la force de réaction, permettant de mesurer les forces de compression dans l'étendue de mesurage souhaitée avec une précision de 1% de la valeur mesurée.

Le dispositif peut être un système de mesure continu qui assure le suivi tout au long de la durée de l'essai, permettant de mesurer la variation de la force de réaction en fonction du temps de façon continue. La déformation de l'éprouvette doit être maintenue dans les limites de $\pm 0,01 \text{ mm}$ pendant la durée de l'essai.

Il est également possible d'utiliser une machine d'essai de compression pour mesurer la force de réaction à des intervalles de temps déterminés. Dans ce cas, la force nécessaire à une légère augmentation de la compression est mesurée. Cette compression supplémentaire doit être la plus faible possible et ne doit en aucun cas dépasser une force de 1 N , pour les machines du type balance, ou un déplacement supérieur à $0,05 \text{ mm}$ pour les machines de type contrainte-déformation; dans les deux cas, elle doit être appliquée sans dépassement du point de consigne. L'ensemble de la force exercée par l'éprouvette et résultant de la compression supplémentaire doit agir sur le dispositif de mesure de la force. Il doit aussi être possible de répéter la compression dans la limite de $\pm 0,01 \text{ mm}$ d'un mesurage à l'autre.

5.3 Environnement d'essai

5.3.1 Pour les essais en milieu gazeux, une étuve à air conforme aux exigences de l'ISO 188 doit être utilisée. Une étuve satisfaisant aux exigences spécifiées pour l'une des étuves utilisées dans l'ISO 188:2011, méthode A, est recommandée.

NOTE Si les essais sont réalisés dans l'azote, le vieillissement oxydatif sera éliminé et le résultat sera dû au vieillissement thermique. Cela peut être utilisé pour simuler des conditions où le produit n'est pas exposé à l'air, tel que des joints utilisés pour le pétrole ou la vapeur.

5.3.2 Pour les essais en milieu liquide, le dispositif de compression doit être entièrement immergé dans un bain rempli de liquide ou dans un récipient clos pour les fluides volatils ou toxiques de manière à permettre une libre circulation du liquide à travers les trous percés dans les plaques de compression. Le liquide doit être maintenu à la température spécifiée par un système approprié de régulation thermique et par circulation du liquide dans le bain, ou bien encore en plaçant le bain de liquide et le dispositif de compression dans une étuve à air telle que spécifiée ci-dessus.

5.4 Instruments de mesure de la température, disposant d'un capteur d'une précision appropriée. Le capteur de température doit être installé de manière à mesurer précisément la température de l'éprouvette.

6 Éprouvette

6.1 Type et préparation de l'éprouvette

6.1.1 Généralités

Les éprouvettes doivent être préparées soit par moulage, soit conformément à l'ISO 23529, par découpage dans des feuilles moulées ou dans des produits finis.

NOTE Les résultats obtenus à partir d'éprouvettes de différentes tailles ne peuvent pas être comparés.

6.1.2 Éprouvettes cylindriques

L'éprouvette doit avoir la forme d'un disque cylindrique de $13 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ de diamètre et de $6,3 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$ d'épaisseur.

6.1.3 Éprouvettes annulaires

L'éprouvette annulaire préférentielle est un anneau à section carrée, découpé au moyen d'un emporte-pièce rotatif dans une feuille plane du matériau d'essai. Pour une machine appropriée à la préparation d'éprouvettes annulaires de petite taille, voir l'Annexe A de l'ISO 37:2011.

Les dimensions des éprouvettes doivent être:

— épaisseur: $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$

— diamètre intérieur: $15,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$

— largeur radiale: $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047e1bd/iso-3384-1-2011>

Les feuilles peuvent être préparées par moulage ou à partir de produits finis par découpage et meulage.

Il est également possible d'utiliser un joint torique, de code dimensionnel ISO 3601-1-14 × 2,65-G-N, tel que spécifié dans l'ISO 3601-1:2008 (diamètre intérieur de 14 mm et diamètre de section de 2,65 mm).

Le cas échéant, il est possible d'utiliser, comme éprouvettes non normalisées, des joints toriques ayant d'autres dimensions ainsi que des joints d'étanchéité ou des garnitures de forme différente.

NOTE La plupart des machines d'essai sont équipées de dispositifs de serrage dans lesquels l'éprouvette est comprimée par vissage à fond d'une plaque de compression. Cela donne une épaisseur fixe sous contrainte. Les éprouvettes avec les tolérances données ci-dessus ne subissent pas nécessairement la déformation par compression requise, lorsqu'elles sont soumises à essai dans de tels dispositifs de serrage. Il est important que la déformation par compression, dans les limites données en 8.3.4 et 8.4.3 soit obtenue grâce à une adaptation minutieuse du dispositif de serrage à l'éprouvette.

6.2 Mesurage des dimensions des éprouvettes

Les dimensions des éprouvettes doivent être mesurées comme spécifié dans l'ISO 23529.

6.3 Nombre d'éprouvettes

Il est préférable d'utiliser trois éprouvettes, mais pour des essais de routine et de sélection, il est admis d'utiliser deux éprouvettes.

6.4 Délai entre fabrication et essais

Le délai à respecter entre fabrication et essais doit être conforme à l'ISO 23529.

6.5 Conditionnement des éprouvettes

6.5.1 Avant de procéder aux essais, les éprouvettes doivent subir un conditionnement, d'abord thermique puis mécanique, tel que décrit en 6.5.2 et 6.5.3.

6.5.2 Le conditionnement thermique doit être effectué en portant les éprouvettes à une température de 70 °C pendant 3 h. À l'issue du conditionnement thermique, les éprouvettes doivent être maintenues pendant une durée d'au moins 16 h et ne dépassant pas 48 h à température normale de laboratoire, avant d'être soumises au conditionnement mécanique ou aux essais.

6.5.3 Le conditionnement mécanique doit être effectué à l'une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 23529, comme suit.

Comprimer les éprouvettes pour atteindre la même déformation que celle prévue pour l'essai et la ramener immédiatement à une déformation nulle; répéter cette opération jusqu'à réaliser un total de cinq cycles de déformation en revenant à chaque fois à un état de déformation nulle.

À l'issue du conditionnement mécanique, les éprouvettes doivent être maintenues pendant une durée d'au moins 16 h et n'excédant pas 48 h à la température normale de laboratoire, avant de procéder aux essais.

Il a été constaté que le conditionnement mécanique améliore la reproductibilité des essais, plus particulièrement pour les mélanges contenant une quantité importante de charges, mais qu'il n'est pas toujours approprié pour des produits finis et qu'il peut donc conduire à des résultats qui ne sont pas représentatifs des conditions de service. Un tel conditionnement peut être omis à condition de maintenir le conditionnement thermique. Cette omission doit être signalée dans le rapport d'essai.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Durée, température et liquide d'essai

7.1 Durée de l'essai

ISO 3384-1:2011

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011)

[31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60b77ac1-807b-404b-a481-31c1047a1bdc/iso-3384-1-2011)

Sauf spécification contraire, la durée de l'essai est fixée de préférence à (168_{-2}^0) h.

Lorsque des durées intermédiaires sont adoptées, il est préférable de retenir: 3 h_{-10}^0 min, 6 h_{-20}^0 min, $(24_{-0,5}^0)$ h et (72_{-1}^0) h. La période d'essai débute après la compression initiale. Lorsque des durées plus longues sont choisies, une échelle de temps logarithmique doit être utilisée.

Dans la méthode B, lorsque la compression est effectuée à température normale de laboratoire, une période de conditionnement de 2 h (hors durée d'essai) doit être prévue chaque fois que l'éprouvette est conditionnée à cette même température.

7.2 Température d'exposition

La température d'exposition doit être choisie à partir de la liste des températures normales dans l'ISO 23529. Les températures d'exposition provoquant une dégradation ou une évaporation rapide du liquide d'essai doivent être évitées.

7.3 Liquides d'immersion

Le liquide d'essai doit être choisi en fonction de l'application particulière, mais il convient de préférence de le choisir parmi les liquides dont la liste est donnée dans l'ISO 1817.