
**Caoutchouc — Détermination des
effets de la cristallisation au moyen de
mesurages de dureté**

*Rubber — Determination of crystallization effects by hardness
measurements*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	1
5 Éprouvettes	2
5.1 Dimensions	2
5.2 Préparation	2
5.3 Conditionnement	3
6 Température et durée de l'essai	3
6.1 Température	3
6.2 Durée	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Mesurage de la dureté	4
7.2 Dureté d'origine	4
7.3 Dureté initiale à température d'essai	4
7.4 Augmentation de dureté due à la cristallisation	4
8 Expression des résultats	5
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Programme d'étalonnage	8
Bibliographie	10

[ISO 3387:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>

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 3387 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3387:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique. Un programme d'étalonnage a été ajouté en Annexe A et les références normatives ont été mises à jour. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 3387:1994/Cor.1:2000.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>

Caoutchouc — Détermination des effets de la cristallisation au moyen de mesurages de dureté

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai, basée sur des mesurages de dureté, pour la détermination du raidissement dans le temps du caoutchouc, provoqué par la cristallisation. Elle est limitée aux matériaux ayant une dureté initiale de 10 DIDC à 85 DIDC à la température d'essai.

La méthode est applicable aux caoutchoucs bruts et aux mélanges non vulcanisés et vulcanisés. Elle présente un intérêt principalement pour les caoutchoucs ayant une tendance marquée à cristalliser aux températures observées sous les climats froids, par exemple le chloroprène et le caoutchouc naturel.

La méthode n'est pas applicable aux matériaux à cristallisation rapide, qui atteignent un degré de cristallisation important dans le laps de temps de 15 min utilisé pour le conditionnement à la température d'essai.

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 48:2010, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté (dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC)*

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

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

3 Principe

L'un ou l'autre des mesurages suivants est réalisé sur une éprouvette stockée à la température choisie:

- l'augmentation de dureté après une durée de stockage spécifiée;
- l'intervalle de temps nécessaire pour que se produise une augmentation de dureté spécifiée.

4 Appareillage

4.1 Chambre froide, conforme à l'ISO 23529, permettant de maintenir la température spécifiée à ± 2 °C et utilisant un gaz comme milieu caloporteur.

Toutes les manipulations et tous les mesurages finals devant être réalisés à l'intérieur de la chambre froide, il doit être possible de réaliser ces opérations tout en maintenant la température de l'éprouvette dans les limites autorisées. Cela peut se faire avec un appareillage approprié qui permet la manipulation des matériaux dans la chambre depuis l'extérieur (par exemple au moyen d'orifices percés à travers la porte ou une paroi de l'enceinte et comportant des gants).

4.2 Appareil de mesurage de la dureté, conforme à l'ISO 48. Les lubrifiants, s'ils sont utilisés, doivent être d'un type approprié, afin de ne pas provoquer de frottements dans l'appareil à la température d'essai.

4.3 Brucelles ou pinces, pour manipuler les éprouvettes.

4.4 **Gants**, pour manipuler l'équipement d'essai.

4.5 **Presse chauffée**, pour la préparation des éprouvettes en caoutchouc brut et non vulcanisé.

5 Éprouvettes

5.1 Dimensions

Les essais peuvent être effectués sur des éprouvettes de différentes épaisseurs. Cela ne donne pas nécessairement les mêmes valeurs de dureté. Les essais destinés à être comparés doivent être réalisés sur des éprouvettes de même épaisseur.

Les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette doivent être planes, lisses et parallèles. L'éprouvette normalisée doit avoir une épaisseur de 8 mm à 10 mm. Les éprouvettes non normalisées peuvent être soit plus épaisses, soit plus minces, mais en aucun cas l'épaisseur ne doit être inférieure à 4 mm pour les duretés comprises entre 35 DIDC et 85 DIDC ou à 6 mm pour les duretés comprises entre 10 DIDC et 35 DIDC. Les dimensions latérales, aussi bien pour les éprouvettes normalisées que pour les éprouvettes non normalisées, doivent être telles qu'aucun essai ne puisse être effectué à une distance du bord de l'éprouvette inférieure aux distances appropriées indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Dimensions des éprouvettes

Dimensions en millimètres

Épaisseur totale de l'éprouvette	Distance minimale entre le point de contact et le bord de l'éprouvette
4	7,0
6	8,0
8	9,0
10	10,0
15	11,5
25	13,0

5.2 Préparation

5.2.1 Caoutchouc vulcanisé

Les éprouvettes en caoutchouc vulcanisé doivent être préparées conformément à l'ISO 23529. Il est permis, pour obtenir l'épaisseur nécessaire, de superposer deux plaquettes de caoutchouc (mais pas plus de deux), à condition que leurs faces soient planes et parallèles.

5.2.2 Caoutchouc brut et non vulcanisé

Les éprouvettes en caoutchouc brut et en mélanges non vulcanisés doivent être préparées en plaçant une quantité appropriée de matière dans un moule préchauffé, puis en appliquant la chaleur et une pression (4.5) pendant une durée appropriée. Le moule, toujours sous pression, doit être refroidi à température normale de laboratoire (voir l'ISO 23529). Après 15 min, la pression doit être supprimée et l'éprouvette retirée. Elle ne doit présenter ni bulles ni porosité. La température du moule et la durée d'application de la pression nécessaires pour obtenir une éprouvette convenable dépendent du type de caoutchouc. Une température de 150 °C appliquée durant 3 min s'est révélée appropriée pour de nombreux caoutchoucs bruts, tandis qu'une température de 120 °C appliquée durant 3 min s'est révélée satisfaisante pour de nombreux mélanges de caoutchoucs. Cependant, il peut être nécessaire d'utiliser des durées plus longues ou des températures de moules plus élevées avec certains matériaux, pour obtenir une éprouvette avec des faces lisses et planes. En aucun cas, il ne faut utiliser de conditions entraînant un début de vulcanisation ou de dégradation.

5.3 Conditionnement

5.3.1 Délai entre vulcanisation et essai

Lorsque cela est approprié, le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 23529.

5.3.2 Décristallisation et conditionnement

Les éprouvettes en caoutchouc vulcanisé, ou les éprouvettes moulées en caoutchouc brut ou en mélanges non vulcanisés, depuis plus de 8 h doivent être décristallisées immédiatement avant l'essai, en les chauffant dans une étuve à 70 °C durant 45 min. Elles doivent être ensuite conditionnées à température normale de laboratoire (voir l'ISO 23529) pendant au moins 30 min et au plus 60 min, avant l'essai.

6 Température et durée de l'essai

6.1 Température

L'essai doit être réalisé à l'une des températures suivantes (voir l'ISO 23529):

+ 23 °C ± 2 °C (température normale de laboratoire)

+ 27 °C ± 2 °C (température normale de laboratoire)

+ 10 °C ± 2 °C

0 °C ± 2 °C

-10 °C ± 2 °C

-25 °C ± 2 °C

-40 °C ± 2 °C

-55 °C ± 2 °C

-70 °C ± 2 °C

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>

Si cela n'est pas spécifié pour des raisons spéciales, l'essai doit être réalisé à la température la plus proche de celle où la vitesse de cristallisation est maximale, lorsque celle-ci est connue.

NOTE En général, les vitesses de cristallisation sont connues pour être maximales aux températures approximatives suivantes:

Caoutchouc polymère	Température pour la vitesse de cristallisation maximale °C
Caoutchouc chloroprène	-10
Caoutchouc polyuréthane	-10
Caoutchouc naturel (1,4- <i>cis</i> -polyisoprène)	-25
Caoutchouc diméthyl-silicone	-55
1,4- <i>cis</i> -polybutadiène	-55

6.2 Durée

Les mesurages de dureté sont généralement effectués après (24_{-0,5}⁰) h et (168₋₂⁰) h de stockage à la température d'essai. Pour tracer une courbe de l'évolution de la dureté en fonction du temps, des lectures

intermédiaires (48 h et 96 h sont suggérées) doivent être effectuées. Des délais de stockage plus longs peuvent être utilisés, si la dureté continue à augmenter après 168 h.

Si l'augmentation de dureté après $(24_{-0,5}^0)$ h est supérieure à 10 DIDC par rapport à la dureté initiale, l'essai doit être répété avec des délais de stockage plus courts (1 h, 2 h, 4 h et 8 h sont suggérées).

7 Mode opératoire

7.1 Mesurage de la dureté

Effectuer le mesurage de la dureté conformément à l'ISO 48. La méthode choisie doit être utilisée pour l'intégralité de l'essai. Effectuer un mesurage en trois ou cinq points différents, répartis sur toute l'éprouvette, et prendre la médiane des résultats. Effectuer les mesurages successifs à des points distants d'au moins 4 mm les uns des autres. Le même appareil de mesurage de la dureté doit être utilisé tout au long d'un essai, l'appareil de mesurage approprié étant déterminé d'après la dureté initiale à la température d'essai. Pour une dureté initiale comprise entre 10 DIDC et 30 DIDC, l'appareil spécifié pour la méthode L de l'ISO 48:2010 doit être utilisé, pour une dureté initiale comprise entre 30 DIDC et 80 DIDC, l'appareil spécifié pour la méthode N de l'ISO 48:2010 doit être utilisé et pour une dureté supérieure à 80 DIDC, l'appareil spécifié pour la méthode H de l'ISO 48:2010 doit être utilisé. Si l'augmentation de dureté donne des valeurs supérieures à 35 DIDC pour la méthode L, les lectures de dureté doivent être déterminées selon une extension de l'ISO 48:2010, Tableau 5, calculée à l'aide de l'équation donnée dans l'ISO 48:2010, Annexe A.

7.2 Dureté d'origine

Mesurer en premier lieu la dureté avec l'éprouvette et l'appareillage d'essai conditionnés à température normale de laboratoire (voir l'ISO 23529). Ce mesurage donne des informations supplémentaires mais n'est pas utilisé dans le calcul des effets de cristallisation et peut être omis dans le cas d'échantillons de caoutchoucs non vulcanisés ayant un degré de plasticité élevé.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a55a5d3-5447-4dd6-8b53-0327806eb751/iso-3387-2012>

7.3 Dureté initiale à température d'essai

Conditionner l'appareil de mesurage de la dureté (4.2) et les brucelles ou les pinces (4.3), pendant au moins 60 min, dans la chambre froide (4.1), à la température souhaitée.

Placer l'éprouvette dans la chambre froide à la température d'essai désirée. Après $15 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$, effectuer un premier relevé de dureté, en utilisant les brucelles ou les pinces pour manipuler l'éprouvette et des gants (4.4) pour manipuler l'équipement d'essai. Si la dureté initiale est supérieure à 85 DIDC, la méthode n'est pas applicable.

L'appareil de mesurage de la dureté (4.2) utilisé avec ce mode opératoire d'essai est normalement conditionné et manœuvré à l'intérieur de la chambre froide. En variante, un dispositif spécial peut être utilisé; le corps de l'appareil de mesurage se trouve placé à l'extérieur de la chambre froide et est relié, à l'aide d'une tige de faible conductivité thermique construite de façon à éviter tout frottement supplémentaire, au pénétrateur se trouvant dans la chambre froide.

7.4 Augmentation de dureté due à la cristallisation

Répéter les mesurages de dureté, tels que spécifiés en 7.1, après les durées de stockages spécifiées à la température d'essai.

Après avoir effectué tous les mesurages, il est conseillé de sécher tout l'appareillage en le réchauffant dans un courant d'air à environ 40 °C.

8 Expression des résultats

8.1 À des fins de spécification, l'augmentation de dureté entre la lecture initiale et celle effectuée après (168_{-2}^0) h de stockage doit être calculée et notée dans le rapport d'essai — voir Figure 1, courbe a). Si cette augmentation de dureté est supérieure à 10 DIDC, les valeurs relevées à différentes durées doivent être portées en fonction du temps (selon une échelle logarithmique) et une courbe reliant les points obtenus doit être tracée. À l'aide de cette courbe, le temps correspondant à une augmentation de dureté de 10 DIDC doit être déterminé par interpolation — voir Figure 1, courbe b).

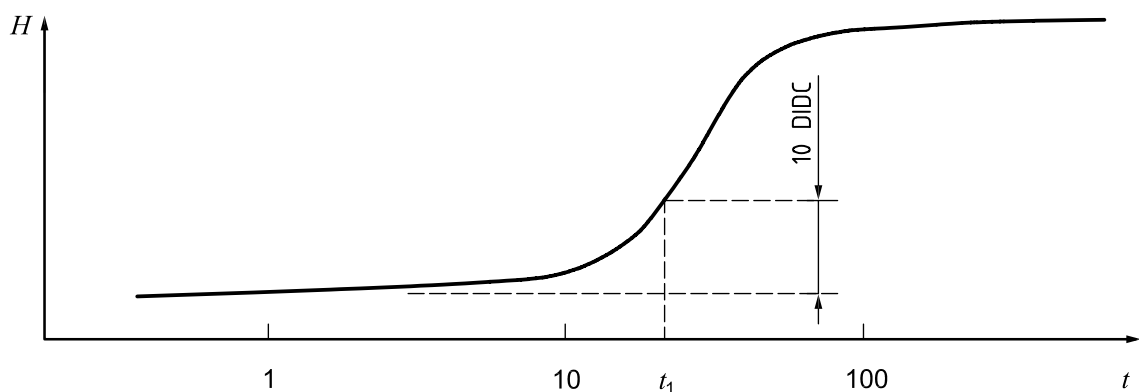
Le même mode opératoire est appliqué, en utilisant une échelle de temps réduite, lorsque l'augmentation de dureté dépasse 10 DIDC après $(24_{-0,5}^0)$ h.

L'augmentation de dureté après un temps spécifié, ou le temps nécessaire pour avoir une augmentation de dureté spécifiée, peut également être utilisé(e) pour reporter les données conformément aux exigences de certaines spécifications — voir Figure 1, courbe c).

8.2 À d'autres fins, le temps correspondant à la moitié de l'augmentation de dureté entre les duretés initiale et finale peut être donné — voir Figure 1, courbe d), en utilisant la courbe de dureté en fonction du temps. Cela suppose que les mesurages de dureté sont prolongés dans le temps afin de parvenir au niveau final de dureté.



a) Augmentation de dureté inférieure à 10 DIDC après (168_{-2}^0) h: reporter l'augmentation réelle de dureté ΔH_1 après (168_{-2}^0) h



b) Détermination du temps t_1 , où se produit une augmentation de 10 DIDC

Figure 1 (suite)