

NORME INTERNATIONALE ISO 1817



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

Caoutchoucs vulcanisés — ~~Résistance aux liquides~~ ^{Détermination de l'action des}
~~Méthodes d'essai~~

Rubber, Vulcanized ~~resistance to liquids~~ ^{Determination of effect of}
~~Methods of test~~ ^{the}

Première édition — 1975-10-15

CDU 678.4/.8.063 : 620.193

Réf. n° : ISO 1817-1975 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, résistance chimique, absorption, extraction, liquide, réaction chimique, essai de fonctionnement.

Prix basé sur 10 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme Internationale ISO 1817 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*. Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.12.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO.

La présente Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1817, qui avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Sri Lanka
Australie	Inde	Suède
Autriche	Israël	Suisse
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pologne	U.S.A.
France	Roumanie	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Caoutchoucs vulcanisés — Résistance aux liquides — Méthodes d'essai

0 INTRODUCTION

L'action d'un liquide sur un caoutchouc vulcanisé aboutit généralement

- a) à l'absorption du liquide par le caoutchouc ;
- b) à l'extraction des constituants solubles du caoutchouc ;
- c) à une réaction chimique avec le caoutchouc.

En général a) est plus grand que b) de sorte que le résultat net est un accroissement de volume communément appelé «gonflement». L'absorption du liquide peut modifier considérablement les propriétés physiques et chimiques du caoutchouc, telles que la résistance à la traction, l'aptitude à l'extension et la dureté, de sorte qu'il est important de mesurer ces propriétés du caoutchouc après traitement. L'extraction des constituants solubles, principalement des plastifiants, peut également modifier les propriétés physiques et chimiques présentées par le caoutchouc après évaporation complète du liquide (en admettant que celui-ci soit volatil) : les essais physiques sur le caoutchouc après immersion et séchage sont nécessaires pour cette raison. Les méthodes spécifiées dans la présente Norme Internationale sont relatives aux déterminations suivantes :

- variation de volume ou de dimensions ;
- matières solubles extraites ;
- propriétés de traction-allongement du caoutchouc, après immersion ;
- dureté du caoutchouc, après immersion ;
- propriétés de traction-allongement du caoutchouc, après évaporation complète du liquide utilisé pour l'immersion ;
- dureté du caoutchouc, après évaporation complète du liquide utilisé pour l'immersion.

Bien qu'à certains points de vue ces essais simulent assez exactement les conditions de service, aucune corrélation directe avec la tenue en service ne peut en être déduite; ainsi, le caoutchouc pour lequel on observe la plus faible variation de volume n'est pas nécessairement le meilleur en service. De plus, il est connu que l'action d'un liquide sur un caoutchouc, spécialement aux hautes températures, peut être affectée, de façon prononcée, par la présence de l'oxygène atmosphérique. Cependant, les essais spécifiés ci-après peuvent fournir de précieux renseignements sur l'aptitude d'un caoutchouc à l'emploi au contact d'un

liquide donné et peuvent, en particulier, servir utilement de moyen de contrôle lorsqu'ils sont utilisés comme essais de comparaison pour mettre au point des caoutchoucs résistants aux huiles, carburants ou autres liquides.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie des méthodes d'essai pour la détermination de la résistance des caoutchoucs vulcanisés à l'action des liquides, par mesurage des caractéristiques des caoutchoucs avant et après immersion dans des liquides d'essai convenablement choisis.

2 RÉFÉRENCES

ISO/R 37, *Essai de traction-allongement du caoutchouc vulcanisé.*

ISO 48, *Élastomères vulcanisés — Détermination de la dureté (Dureté comprise entre 30 et 85 D.I.D.C.).*

ISO/R 471, *Atmosphères normales pour le conditionnement et les essais des éprouvettes de caoutchouc.*

3 LIQUIDES D'ESSAI

Le choix du liquide d'essai dépend de l'objet de l'essai.

3.1 Lorsqu'il est nécessaire d'obtenir des renseignements sur la *tenue probable en service* d'un caoutchouc au contact d'un liquide, ce liquide doit de préférence être utilisé pour l'essai. Cependant, les liquides commerciaux n'ayant pas toujours une composition constante, l'essai doit donc, chaque fois que cela est possible, être effectué sur un caoutchouc témoin dont on connaît les caractéristiques de variation de volume; les résultats anormaux dus aux différences non soupçonnées de la composition d'un liquide commercial sont alors décelés. Il est essentiel de prévoir un certain volume de liquide pour une série entière d'essais.

Les fluides et les carburants à base d'huiles minérales sont sujets à des variations appréciables de la teneur en hydrocarbures aromatiques, même lorsqu'ils sont fournis en conformité avec une spécification établie. Le point d'aniline d'une huile minérale donne une indication sur la teneur en hydrocarbures aromatiques et aide à caractériser l'action de l'huile sur le caoutchouc, le point d'aniline seul n'étant toutefois pas suffisant pour caractériser une huile minérale; toutes choses étant égales par ailleurs, l'action est d'autant plus sévère que le point d'aniline est bas. Le procès-verbal

d'essai doit donc indiquer la densité relative, l'indice de réfraction, le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques de l'huile ou du carburant, si celui-ci est utilisé comme liquide d'immersion. Utiliser des huiles minérales raffinées pour les huiles minérales de référence qui sont données dans l'annexe. Les liquides utilisés en service, ayant des caractéristiques semblables à celles des huiles nos 1 à 3 (voir l'annexe), n'auront pas nécessairement les mêmes effets sur le caoutchouc que ces dernières.

3.2 Comme les liquides commerciaux n'ont pas toujours une composition absolument constante, l'essai doit, chaque fois que cela est possible, être effectué à l'aide de produits chimiques définis, employés seuls ou en mélanges. Ceux-ci doivent être aussi représentatifs que possible de l'effet des produits commerciaux sur le caoutchouc. De tels produits chimiques sont, par exemple, le toluène, les alcools, les esters, le cyclohexane, l'acétone.

3.3 Choisir un liquide de référence pour l'établissement d'une *classification des caoutchoucs vulcanisés* ou pour le contrôle de qualité; des liquides appropriés sont donnés dans l'annexe.

4 DÉLAI ENTRE VULCANISATION ET ESSAI

Sauf spécification contraire due à des raisons techniques, les conditions suivantes concernant le délai doivent être observées.

4.1 Pour tous les essais, le délai minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

4.2 Pour des essais effectués sur des éprouvettes provenant de produits bruts, le délai maximal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines, et, pour les mesures destinées à être comparées, les essais doivent, dans toute la mesure du possible, être effectués dans le même délai.

4.3 Pour des essais effectués sur des articles manufacturés, le délai entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas être, chaque fois que cela est possible, supérieur à 3 mois. Pour les autres cas, les essais doivent être effectués dans un délai de 2 mois à partir de la date de réception du produit par le client.

5 CONDITIONNEMENT DES ÉPROUVETTES

Les éprouvettes utilisées pour les essais, à l'état de réception, doivent être conditionnées durant 3 h au moins dans l'une des atmosphères normales de laboratoire prévues dans l'ISO/R 471, à savoir : soit $20 \pm 2^\circ\text{C}$, $65 \pm 5\%$ d'humidité relative; soit $23 \pm 2^\circ\text{C}$, $50 \pm 5\%$ d'humidité relative; soit $27 \pm 2^\circ\text{C}$, $60 \pm 5\%$ d'humidité relative. La même température doit être conservée tout au long d'un essai ou d'une série d'essais comparatifs.

6 TEMPÉRATURE DE L'ESSAI D'IMMERSION

L'essai d'immersion doit être effectué de préférence à l'une ou plusieurs des températures de référence suivantes :

$-75 \pm 1^\circ\text{C}$	$50 \pm 1^\circ\text{C}$
$-55 \pm 1^\circ\text{C}$	$70 \pm 1^\circ\text{C}$
$-40 \pm 1^\circ\text{C}$	$85 \pm 1^\circ\text{C}$
$-25 \pm 1^\circ\text{C}$	$100 \pm 1^\circ\text{C}$
$-10 \pm 1^\circ\text{C}$	$125 \pm 1^\circ\text{C}$
$0 \pm 1^\circ\text{C}$	$150 \pm 2^\circ\text{C}$
$20 \pm 2^\circ\text{C}$	$175 \pm 2^\circ\text{C}$
$23 \pm 2^\circ\text{C}$	$200 \pm 2^\circ\text{C}$
$27 \pm 2^\circ\text{C}$	$225 \pm 2^\circ\text{C}$
$40 \pm 1^\circ\text{C}$	$250 \pm 2^\circ\text{C}$

Chaque fois que cela est possible, choisir comme température d'essai la température à laquelle le caoutchouc doit être utilisé ou celle qui est immédiatement plus sévère. Dans les autres cas, adopter l'une des températures normales d'essai données dans le chapitre 5.

7 DURÉE DE L'ESSAI D'IMMERSION

Étant donné que la vitesse de pénétration des liquides dans les caoutchoucs dépend de la nature du caoutchouc, du liquide et de la température, il est impossible d'adopter une seule période de référence pour l'immersion. Dans le cas d'essais de réception, il est recommandé que la détermination soit faite et les résultats notés en utilisant plusieurs périodes d'immersion, de façon à indiquer la variation de volume ou de dimensions en fonction du temps; la durée totale doit, si possible, s'étendre bien au-delà du point d'absorption maximale. Dans le cas d'essais de contrôle, il peut ne pas être nécessaire d'atteindre l'absorption maximale; dans ce cas, une seule période d'immersion peut être suffisante; utiliser alors l'une des durées suivantes :

$22 \pm 0,25$ h

$70 \pm \frac{2}{0}$ h

7 jours ± 2 h

multiples de 7 jours

Dans la méthode volumétrique spécifiée en 8.3, si la période d'immersion est insuffisante pour atteindre l'absorption maximale, l'éprouvette doit avoir une épaisseur substantiellement constante (voir note 2 en 8.3.2).

8 DÉTERMINATION DE LA VARIATION DE VOLUME OU DE DIMENSIONS

8.1 Principe

Les essais spécifiés en 8.3 et 8.4 consistent à immerger, pendant un temps donné, à une température constante, des éprouvettes de caoutchouc et à déterminer soit la variation de volume, soit la variation de leurs dimensions linéaires. Dans certains cas, le liquide peut extraire une certaine quantité de plastifiant ou d'un autre ingrédient soluble du caoutchouc, et cette possibilité doit être présente à l'esprit lors de l'interprétation des résultats.

Les deux méthodes spécifiées pour étudier les caractéristiques de résistance des caoutchoucs aux liquides sont les suivantes :

- a) méthode gravimétrique;
- b) méthode par mesurage dimensionnel.

La méthode a) est la plus précise et doit être utilisée de préférence lorsqu'il est nécessaire de connaître la variation de volume due à l'immersion. La méthode b) ne convient pas pour les mesures absolues, mais est utile pour déterminer le grain (anisotropie) du caoutchouc et doit être utilisée lorsqu'il est nécessaire de déterminer les variations de dimensions linéaires, parce que celles-ci ne peuvent pas toujours être calculées à partir de la variation de volume, à cause de l'effet de grain du caoutchouc.

8.2 Définitions

8.2.1 variation de volume : Variation, exprimée en pourcentage, du volume, que subit une éprouvette de dimensions initiales données lorsqu'elle est immergée dans un liquide, ou exposée à la vapeur de celui-ci, pendant un temps donné et à une température donnée.

8.2.2 variation dimensionnelle : Variation, exprimée en pourcentage, des dimensions linéaires, que subit une éprouvette de dimensions initiales données lorsqu'elle est immergée dans un liquide, ou exposée à la vapeur de celui-ci, pendant un temps donné et à une température donnée.

8.3 Méthode gravimétrique

8.3.1 Appareillage

Le choix de l'appareillage dépend de la température d'essai et de la volatilité du liquide d'immersion. Pour des essais effectués à des températures nettement en dessous du point d'ébullition du liquide, utiliser un flacon en verre bouché ou un tube de dimensions telles que les éprouvettes soient complètement immergées dans le volume spécifié du liquide d'immersion et que toutes leurs faces y soient exposées sans gêne. Pour des essais effectués à des températures proches du point d'ébullition du liquide d'immersion, munir le flacon ou le tube d'un réfrigérant à reflux, ou de tout autre dispositif approprié capable de réduire au minimum l'évaporation du liquide d'essai.

8.3.2 Éprouvette

L'éprouvette doit avoir un volume de 1 à 3 cm³* et une épaisseur uniforme de 2 ± 0,2 mm. Les éprouvettes prélevées à partir de feuilles doivent avoir une forme

rectangulaire convenable, mais, en aucun cas, avoir une longueur ou une largeur supérieure à 50 mm.

NOTES

1 On peut utiliser des éprouvettes prélevées sur des produits finis. Des éprouvettes obtenues à partir de produits finis d'épaisseur inférieure à 1,8 mm peuvent être utilisées; si l'épaisseur est supérieure à 2,2 mm, la ramener par ponçage à 2 ± 0,2 mm.

2 Lorsque, au cours des essais, l'absorption maximale n'est pas atteinte, une tolérance plus faible de ± 0,1 mm sur l'épaisseur doit être respectée, étant donné que le pourcentage de variation de volume au cours des premiers stades de l'absorption est inversement proportionnel à l'épaisseur de l'éprouvette.

8.3.3 Mode opératoire

Utiliser trois éprouvettes. Peser chaque éprouvette, à 1 mg près, d'abord dans l'air (m_1), puis dans l'eau distillée à la température normale de laboratoire (m_2) (voir note 1 en 8.3.4), en veillant à éliminer toutes les bulles d'air (voir note 2 en 8.3.4).

Sécher les éprouvettes avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres, et les placer ensuite, séparées convenablement les unes des autres, dans un récipient en verre contenant un volume de liquide d'immersion au moins égal à 15 fois le volume total des éprouvettes et suffisant pour qu'elles soient totalement immergées. Si les conditions d'essai ne nécessitent pas un réfrigérant à reflux, boucher le récipient. Maintenir celui-ci à la température prévue et conserver le caoutchouc à l'abri de la lumière pendant l'essai.

Placer, dans un même récipient, uniquement les éprouvettes provenant d'un même vulcanisat. Si la masse volumique du caoutchouc est inférieure à celle du liquide, utiliser des procédés convenables pour maintenir les éprouvettes entièrement en dessous de la surface du liquide.

À la fin de la période d'immersion, ramener, si nécessaire, la température des éprouvettes à la température normale de laboratoire, de préférence en les transférant rapidement dans une portion fraîche du liquide d'essai à cette température et en les y laissant durant une période comprise entre 30 et 60 min. Éliminer l'excédent du liquide d'immersion des faces de chaque éprouvette (voir note 3 en 8.3.4). Placer immédiatement l'éprouvette dans un vase à peser, bouché et taré, puis déterminer sa masse (m_3) dans l'air, à 1 mg près. Retirer l'éprouvette du vase et la peser immédiatement dans l'eau distillée à la température normale de laboratoire (m_4).

Si le liquide d'immersion est relativement volatil à la température ambiante, le temps nécessaire pour effectuer chaque transfert de l'éprouvette, après qu'elle a été retirée du liquide d'immersion, ne doit pas dépasser 30 s.

* Le terme millilitre (ml) est couramment utilisé comme nom spécial du centimètre cube (cm³), conformément à la décision de la Douzième Conférence Générale des Poids et Mesures. Le terme millilitre est généralement admis pour désigner les capacités de la verrerie volumétrique et les volumes de liquide dans les Normes Internationales.

8.3.4 Expression des résultats

La variation de volume, en pourcentage, est donnée par la formule :

$$\frac{(m_3 - m_4) - (m_1 - m_2)}{(m_1 - m_2)} \times 100$$

où

m_1 est la masse initiale du caoutchouc dans l'air;

m_2 est la masse apparente initiale du caoutchouc dans l'eau;

m_3 est la masse, dans l'air, du caoutchouc après immersion;

m_4 est la masse apparente, dans l'eau, du caoutchouc après immersion;

ces quatre masses étant exprimées dans la même unité.

Si l'essai doit être poursuivi, remettre immédiatement les éprouvettes dans le liquide d'immersion et les placer à nouveau dans l'étuve ou dans le bain thermostaté.

Prendre la moyenne des résultats obtenus avec les trois éprouvettes.

NOTES

1 Le mode opératoire ci-dessus peut ne pas convenir si le liquide d'immersion (autre que l'eau) est facilement miscible à l'eau ou réagit avec elle.

Pour un liquide de ce type, lorsqu'il n'est pas trop visqueux ni volatil, à la température ambiante, les pesées m_2 et m_4 peuvent être effectuées dans le liquide d'immersion au lieu d'être effectuées dans l'eau. Les masses trouvées sont alors utilisées dans la formule ci-dessus; la pesée m_4 doit être, dans ce cas, effectuée dans une portion fraîche du liquide d'immersion.

Si cela n'est pas commodément réalisable, suivre le même mode opératoire que pour la méthode par déplacement d'eau, moyennant l'omission de la pesée finale dans l'eau, et calculer la variation de volume, en pourcentage, d'après la formule

$$\frac{(m_3 - m_1)}{d(m_1 - m_2)} \times 100$$

où d est la densité relative du liquide d'immersion à la température normale de laboratoire; cette formule peut n'être qu'approximative si le liquide d'immersion est un mélange, étant donné que la densité relative du liquide absorbé peut être différente de celle du mélange. De même, la densité relative d'une matière extraite du caoutchouc peut être différente de celle du liquide d'immersion.

2 La formation de bulles peut être évitée en ajoutant, à l'eau, une très faible quantité d'une substance tensio-active, par exemple un détergent.

3 La méthode adoptée pour éliminer l'excédent du liquide des faces de l'éprouvette varie selon la nature de ce liquide. Lorsqu'on utilise un liquide mobile et volatil, tel que l'iso-octane ou le toluène, retirer et sécher rapidement l'éprouvette avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. On peut rencontrer certaines difficultés à éliminer complètement les huiles visqueuses non volatiles en suivant cette méthode, et il peut être nécessaire de plonger rapidement l'éprouvette dans un liquide volatil convenable, tel que le méthanol, et de la sécher à nouveau rapidement avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres.

8.3.5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la valeur ou les valeurs, en pourcentage, de la variation de volume, calculée(s) selon 8.3.4, et la durée ou les durées correspondante(s) d'immersion;
- b) la température de l'essai;
- c) la description du liquide d'immersion comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles nos 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- d) l'épaisseur et les dimensions initiales de l'éprouvette;
- e) la température du conditionnement;
- f) l'indication de tout changement de couleur du liquide d'immersion ou de la formation de sédiment, à la fin de l'essai;
- g) l'indication de l'aspect de l'éprouvette (craquelures, délaminage, etc.).

8.4 Méthode par mesurage dimensionnel

8.4.1 Appareillage

L'appareillage pour l'immersion des éprouvettes doit être identique à celui qui est spécifié en 8.3.1.

L'appareil de mesurage de l'épaisseur des éprouvettes doit être constitué par une jauge avec un indicateur micrométrique à cadran, ayant une précision suffisante, maintenue fermement dans un support rigide au-dessus d'un socle plat. L'indicateur doit être gradué en 0,01 mm. La tige doit être munie d'un plateau de contact circulaire ayant une surface de 100 mm² environ, qui doit être perpendiculaire à la tige et parallèle au socle. La jauge à cadran doit exercer, sur le caoutchouc, une pression de 2 kPa* environ.

8.4.2 Éprouvette

L'éprouvette doit avoir une forme rectangulaire de longueur 50 mm et de largeur 25 mm.

L'épaisseur doit être uniforme, de préférence de $2 \pm 0,2$ mm. Les tranches de l'éprouvette doivent être coupées d'une manière nette et à angles droits par rapports aux faces supérieure et inférieure. Lorsque le sens du grain dû au calandrage est connu, le grand axe de l'éprouvette doit être parallèle au sens du grain.

NOTE — On peut utiliser des éprouvettes prélevées sur des produits finis. Des éprouvettes obtenues à partir de produits finis d'épaisseur inférieure à 1,8 mm peuvent être utilisées; si l'épaisseur de ces produits est supérieure à 2,2 mm, la ramener par ponçage à $2 \pm 0,2$ mm.

* 1kPa = 1 kN/m²

8.4.3 Mode opératoire

Utiliser trois éprouvettes. Mesurer, à 0,5 mm près, la longueur initiale de chaque éprouvette, le long de sa ligne centrale. Effectuer les mesurages sur les faces supérieure et inférieure et prendre la moyenne des deux résultats. Mesurer de façon analogue la largeur initiale, en effectuant au total quatre mesurages, un sur la face supérieure et un sur la face inférieure près de chaque extrémité de l'éprouvette. Mesurer l'épaisseur initiale à l'aide de la jauge à cadran, en quatre points différents de l'éprouvette et prendre la moyenne des résultats. Effectuer tous les mesurages en maintenant l'éprouvette à la température normale de laboratoire.

Placer ensuite les éprouvettes, séparées convenablement les unes des autres, dans un récipient en verre contenant un volume de liquide d'immersion au moins égal à 15 fois le volume total des éprouvettes et suffisant pour qu'elles soient totalement immergées. Si les conditions d'essai ne nécessitent pas un réfrigérant à reflux, boucher le récipient. Maintenir celui-ci à la température prévue et conserver le caoutchouc à l'abri de la lumière pendant l'essai.

Placer, dans un même récipient, uniquement les éprouvettes provenant d'un même vulcanisat. Si la masse volumique du caoutchouc est inférieure à celle du liquide, utiliser des procédés convenables pour tenir les éprouvettes entièrement en dessous de la surface du liquide.

À la fin de la période d'immersion, ramener, si nécessaire, la température des éprouvettes à la température normale de laboratoire, de préférence en les transférant rapidement dans une portion fraîche du liquide d'essai à cette température et en les y laissant durant une période comprise entre 30 et 60 min. Éliminer l'excédent du liquide d'immersion des faces de chaque éprouvette en la séchant avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. La longueur, la largeur et l'épaisseur de chaque éprouvette doivent à nouveau être mesurées, de la manière spécifiée ci-dessus, les éprouvettes se trouvant à la température normale de laboratoire.

Si le liquide d'immersion est relativement volatil à la température ambiante, le temps nécessaire pour effectuer les mesurages, après que l'éprouvette a été retirée du liquide d'immersion, ne doit pas dépasser 1 min.

8.4.4 Expression des résultats

La variation de longueur, en pourcentage, est donnée par la formule

$$\frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$

où

L_0 est la longueur initiale;

L est la longueur après immersion;

ces deux longueurs étant exprimées dans la même unité.

Les variations de largeur et d'épaisseur, en pourcentage, doivent être calculées de façon analogue.

Si l'essai doit être poursuivi, remettre immédiatement les éprouvettes dans le liquide et les placer à nouveau dans l'étuve ou dans le bain thermostaté.

Prendre la moyenne des résultats obtenus avec les trois éprouvettes.

8.4.5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) les valeurs, en pourcentage, des variations de la longueur, de la largeur et de l'épaisseur, calculées selon 8.4.4, et les durées correspondantes d'immersion;
- b) la température de l'essai;
- c) la description du liquide d'immersion comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles nos 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- d) l'épaisseur et les dimensions initiales de l'éprouvette;
- e) la température du conditionnement;
- f) l'indication de tout changement de couleur du liquide d'immersion ou de la formation de sédiment, à la fin de l'essai;
- g) l'indication de l'aspect de l'éprouvette (craquelures, délaminage, etc.).

9 ESSAI DE CONTACT AVEC UN LIQUIDE SUR UNE SEULE FACE

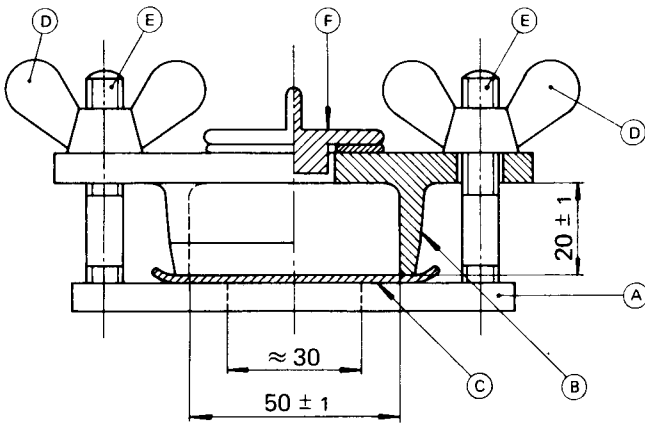
9.1 Domaine d'application

Cet essai est applicable aux matériaux en feuilles relativement minces (tissus enduits de caoutchouc, diaphragmes, etc.) qui sont au contact d'un liquide sur une seule face. En raison de l'absorption possible du fluide par le tissu, cette méthode peut être moins précise que la méthode volumétrique spécifiée en 8.3.

9.2 Appareillage

L'appareillage doit être approprié pour maintenir convenablement l'éprouvette. Un appareil convenable est représenté dans la figure. Il comprend un socle plat et une chambre en forme de cylindre ouvert (B), maintenue fermement contre l'éprouvette (C) au moyen des écrous à oreilles (D), montés sur les boulons (E). Une ouverture de diamètre 30 mm environ peut être prévue dans le socle plat en vue de permettre l'examen de la surface de l'éprouvette qui n'est pas au contact du fluide. Pendant l'essai, l'ouverture de la partie supérieure de la chambre doit être fermée au moyen d'un bouchon étanche (F).

Dimensions en millimètres



FIGURE

9.3 Éprouvette

L'éprouvette doit être constituée par un disque de diamètre 60 mm, son épaisseur étant celle du matériau à essayer.

9.4 Mode opératoire

Peser l'éprouvette dans l'air (m_1), à 1 mg près. Placer alors l'éprouvette dans l'appareil comme il est indiqué sur la figure. Remplir la chambre avec le liquide d'essai jusqu'à une hauteur de 15 mm environ et mettre le bouchon (F) en place. Maintenir l'appareil à la température prévue pendant toute la durée de l'essai.

À la fin de la période de contact, ramener, si nécessaire, la température de l'appareil à la température normale de laboratoire. Enlever ensuite le liquide d'essai et retirer l'éprouvette. Éliminer l'excédent du liquide de la surface de l'éprouvette en la séchant avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. Déterminer, à 1 mg près, la masse (m_2) de l'éprouvette à la température normale de laboratoire.

Si le liquide de contact est relativement volatil à la température ambiante, le temps nécessaire pour effectuer le mesurage, après que le liquide d'essai a été éliminé, ne doit pas dépasser 2 min.

9.5 Expression des résultats

La variation de masse par unité de surface est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{0,0020}$$

où

m_1 est la masse initiale de l'éprouvette;

m_2 est la masse finale de l'éprouvette;

0,0020 est la surface, en mètres carrés, d'un cercle de diamètre 50 mm qui correspond à la surface de contact du liquide d'essai avec l'éprouvette;

ces deux masses étant exprimées dans la même unité.

Prendre la moyenne des résultats obtenus avec au moins trois éprouvettes.

9.6 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la valeur ou les valeurs de la variation de masse par unité de surface, calculée(s) selon 9.5, et les durées correspondantes de contact;
- b) la température de l'essai;
- c) la description du liquide de contact comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles nos 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- d) l'épaisseur initiale de l'éprouvette;
- e) la température du conditionnement;
- f) l'indication de tout changement de couleur du liquide de contact ou de la formation de sédiment, à la fin de l'essai;
- g) l'indication de l'aspect de l'éprouvette (craquelures, délaminage, etc.).

10 DÉTERMINATION DES MATIÈRES SOLUBLES EXTRAITES PAR LE LIQUIDE

10.1 Introduction

Si le liquide d'immersion est facilement volatil, la quantité de matières extraites à partir du caoutchouc peut être déterminée soit

- a) en séchant le caoutchouc traité et en comparant sa masse à la masse avant immersion, soit
- b) en évaporant jusqu'à siccité le liquide utilisé pour l'essai et en pesant le résidu non volatil.

Les deux méthodes sont sujettes à des erreurs; dans la méthode a), le caoutchouc peut s'être oxydé s'il est en présence d'air pendant l'immersion, surtout à haute température; dans la méthode b), il peut y avoir une perte de substance volatile extraite principalement des plastifiants. Les deux méthodes sont spécifiées dans la présente Norme Internationale, et le choix sera effectué en fonction de la nature du caoutchouc et des conditions de l'essai.

Il est difficile de définir avec précision ce que l'on entend par liquide «facilement volatil», mais on estime que les modes opératoires spécifiés ne sont pas applicables aux liquides moins volatils que les liquides de référence A, B, C, et D indiqués dans l'annexe, c'est-à-dire aux liquides dont le point d'ébullition est supérieur à 110 °C.

10.2 Éprouvette

La détermination des matières solubles doit être effectuée après la détermination de la variation de volume ou des dimensions selon l'un des modes opératoires spécifiés en 8.3 et 8.4, l'éprouvette spécifiée en 8.3.2 ou 8.4.2 étant utilisée.

10.3 Mode opératoire

10.3.1 Par pesée du caoutchouc séché

Après immersion, sécher l'éprouvette jusqu'à masse constante sous une pression de 20 kPa environ et à une température de 40 °C environ.

10.3.2 Par évaporation du liquide d'essai

Verser le liquide, dans lequel le caoutchouc a été immergé, dans un récipient convenable, laver le caoutchouc avec 25 cm³ de liquide frais et verser ce dernier dans le même récipient. Évaporer le liquide, et sécher le résidu jusqu'à masse constante sous une pression de 20 kPa environ et à une température de 40 °C environ.

Faire un essai à blanc pour déterminer la teneur en matières solides sur un volume du liquide d'essai égal au volume utilisé pour l'immersion et le lavage.

10.4 Expression des résultats

La masse des matières extraites doit être soit

- la différence entre la masse initiale de l'éprouvette et sa masse après immersion et séchage, si le mode opératoire spécifié en 10.3.1 a été suivi, soit
- la masse du résidu séché, corrigée de la valeur trouvée dans l'essai à blanc effectué sur le liquide d'essai, si le mode opératoire spécifié en 10.3.2 a été suivi.

Dans chacun de ces cas, la masse doit être exprimée en pourcentage de la masse initiale de l'éprouvette.

10.5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la masse ou les masses de matières solubles extraites, calculées selon 10.4, et la durée ou les durées correspondante(s) d'immersion;
- b) le mode opératoire suivi;
- c) la température de l'immersion;
- d) la description du liquide d'immersion comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles n^{os} 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- e) la description des éprouvettes.

11 PROPRIÉTÉS PHYSIQUES APRÈS IMMERSION

11.1 Essai de traction-allongement

11.1.1 Appareillage

11.1.1.1 Appareillage pour l'immersion, identique à celui qui est spécifié en 8.3.1.

11.1.1.2 Appareillage pour l'essai de traction, identique à celui qui est spécifié dans l'ISO/R 37.

11.1.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être soit un anneau, soit une haltère du type spécifié dans l'ISO/R 37.

11.1.3 Mode opératoire

Mesurer la section transversale de l'éprouvette selon le mode opératoire spécifié dans l'ISO/R 37. Plonger ensuite l'éprouvette dans le liquide d'immersion, comme il est spécifié en 8.3.3. Choisir la température selon les indications données dans le chapitre 6 et la durée de l'immersion, de préférence, de façon qu'elle soit suffisante pour atteindre l'absorption maximale.

À la fin de la période d'immersion, ramener, si nécessaire, la température des éprouvettes à la température normale de laboratoire, de préférence en les transférant rapidement dans une portion fraîche du liquide d'essai à cette température et en les y laissant durant une période comprise entre 30 et 60 min.

Éliminer l'excédent du liquide d'immersion des faces de l'éprouvette. La méthode adoptée pour éliminer l'excédent du liquide varie selon la nature de ce liquide. Lorsqu'on utilise un liquide mobile et volatil, tel que l'iso-octane ou le toluène, retirer et sécher rapidement l'éprouvette avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. On peut rencontrer certaines difficultés à éliminer complètement les huiles visqueuses non volatiles en suivant cette méthode, et il peut être nécessaire de plonger rapidement l'éprouvette dans un liquide volatil convenable, tel que le méthanol, et de la sécher à nouveau rapidement avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. Dans le cas des éprouvettes en forme d'haltère, tracer des traits repères comme il est prévu dans l'ISO/37. Effectuer l'essai de traction à la température normale de laboratoire, dans un délai de 2 à 3 min après que l'éprouvette a été retirée définitivement du liquide d'immersion. Effectuer également des essais sur des éprouvettes n'ayant pas été immergées afin de comparer les caractéristiques.

11.1.4 Expression des résultats

La force de traction doit être calculée par unité de surface de la section transversale initiale de l'éprouvette avant immersion, et la variation doit être exprimée en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.

L'allongement pour cent après rupture doit être calculé en pourcentage de la longueur de la partie calibrée entre repères pour l'éprouvette haltère après immersion, ou en pourcentage d'accroissement de la circonférence intérieure pour l'éprouvette en forme d'anneau après immersion, et la variation doit être exprimée en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.

Le module doit être calculé à partir de la section transversale initiale de l'éprouvette avant immersion, et la variation doit être exprimée en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé (noter, cependant, que l'allongement auquel est mesuré le module correspond à celui du caoutchouc après immersion).

11.1.5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) le type de l'éprouvette;
- b) la description du liquide d'immersion comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles n^{os} 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- c) la durée et la température de l'immersion;
- d) la variation, en pourcentage, de la force de traction;
- e) la variation, en pourcentage, de l'allongement pour cent après rupture;
- f) la variation, en pourcentage, du module sous un allongement donné;
- g) la température à laquelle l'essai de traction a été effectué.

11.2 Essai de dureté

11.2.1 Appareillage

11.2.1.1 Appareillage pour l'immersion, identique à celui qui est spécifié en 8.3.1.

11.2.1.2 Appareillage pour mesurer la dureté, identique à celui qui est spécifié dans l'ISO 48.

11.2.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être celle qui est spécifiée pour le micro-essai dans l'ISO 48.

11.2.3 Mode opératoire

Mesurer la dureté de l'éprouvette à la température normale de laboratoire, selon le mode opératoire spécifié dans l'ISO 48. Plonger ensuite l'éprouvette dans le liquide d'immersion, comme il est spécifié en 8.3.3. Choisir la température selon les indications données dans le chapitre 6 et la durée de l'immersion, de préférence, de façon qu'elle soit suffisante pour atteindre l'absorption maximale.

À la fin de la période d'immersion, ramener, si nécessaire, la température normale de laboratoire, de préférence en les transférant rapidement dans une portion fraîche du liquide d'essai à cette température et en les y laissant durant une période comprise entre 30 et 60 min.

Éliminer l'excédent du liquide d'immersion des faces de l'éprouvette. La méthode adoptée pour éliminer l'excédent du liquide varie selon la nature de ce liquide. Lorsqu'on utilise un liquide mobile et volatil, tel que l'iso-octane ou le toluène, retirer et sécher rapidement l'éprouvette avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. On peut rencontrer certaines difficultés à éliminer complètement les huiles visqueuses non volatiles en suivant cette méthode, et il peut être nécessaire de plonger rapidement l'éprouvette dans un liquide volatil convenable, tel que le méthanol, et de la sécher à nouveau rapidement avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de fibres. Mesurer à nouveau la dureté selon les prescriptions de l'ISO 48 (micro-essai) à la température normale de laboratoire, dans un délai de 2 à 3 min après que l'éprouvette a été retirée définitivement du liquide d'immersion.

11.2.4 Expression des résultats

La dureté doit être exprimée en degrés internationaux de dureté du caoutchouc (D.I.D.C.) comme il est précisé dans l'ISO 48.

NOTE — Il n'est souvent pas possible d'avoir la même épaisseur d'éprouvette avant et après immersion, puisque cette dernière contribue à la variation de l'épaisseur. Un accroissement rendra la mesure de la dureté légèrement plus faible et celle-ci ne sera alors pas strictement comparable à la mesure obtenue avant l'immersion. Cependant, si l'on utilise des éprouvettes de l'épaisseur recommandée, une variation de volume, ne dépassant pas 200 %, introduira une erreur qui ne dépassera pas 2 D.I.D.C. environ.

11.2.5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la description du liquide d'immersion comprenant, dans le cas d'huiles minérales (autres que les huiles n^{os} 1, 2 et 3), la densité relative, l'indice de réfraction et le point d'aniline ou la teneur en hydrocarbures aromatiques;
- b) la durée et la température de l'immersion;
- c) la dureté, en D.I.D.C., de l'éprouvette à l'état initial et après immersion;
- d) la température à laquelle la dureté a été mesurée.

12 PROPRIÉTÉS PHYSIQUES APRÈS IMMERSION ET SÉCHAGE

12.1 Essai de traction-allongement

12.1.1 Appareillage

12.1.1.1 Appareillage pour l'immersion, identique à celui qui est spécifié en 8.3.1.