

40 45

Norme internationale



1817

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

## Caoutchouc vulcanisé — Détermination de l'action des liquides

*Rubber, vulcanized — Determination of the effect of liquids*

Deuxième édition — 1985-03-01

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 1817:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32866b7a-e5b6-4daa-b16f-883951c9bf98/iso-1817-1985>

CDU 678.4.063 : 620.193

Réf. n° : ISO 1817-1985 (F)

**Descripteurs:** caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, méthode par immersion, détermination, résistance chimique, produit en solution, propriété physique, stabilité dimensionnelle, dureté, méthode volumétrique, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 11 pages

## 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 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1817 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

ISO 1817:1985

La Norme internationale ISO 1817 a été pour la première fois publiée en 1975. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision technique.

# Caoutchouc vulcanisé — Détermination de l'action des liquides

## 0 Introduction

En général, l'action d'un liquide sur un caoutchouc vulcanisé peut conduire à

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

En général, il se produit davantage d'absorption [a)] que d'extraction [b)], de sorte que le résultat final est un accroissement en volume, habituellement appelé « gonflement ». L'absorption de liquide peut modifier profondément les propriétés physiques et chimiques du caoutchouc et, par conséquent, sa résistance et son allongement à la traction ainsi que sa dureté, de sorte qu'il est important de mesurer ces propriétés du caoutchouc après traitement. L'extraction des constituants solubles, en particulier celle des plastifiants et des antidégâts, peut également modifier les propriétés physiques et chimiques du caoutchouc après évaporation du liquide (en supposant que celui-ci soit volatil). C'est pourquoi les essais physiques du caoutchouc sont requis après immersion et séchage. Les méthodes décrites dans la présente Norme internationale se rapportent aux déterminations suivantes :

- variation de volume, de dimensions et de masse ;
- matières solubles extraites ;
- propriétés de traction-allongement du caoutchouc après immersion ;
- dureté du caoutchouc après immersion ;
- propriété de traction-allongement du caoutchouc après évaporation complète du liquide d'essai ;
- dureté du caoutchouc après évaporation complète du liquide d'essai.

Bien qu'à certains égards, ces essais se rapprochent sensiblement des conditions de service, il n'y a pas de corrélation directe entre les résultats d'essai et la tenue en service du vulcanisé ; ainsi, le caoutchouc donnant la plus faible variation de volume n'est pas nécessairement le meilleur en service. L'épaisseur du caoutchouc doit être prise en considération étant donné que le taux de pénétration du liquide d'essai dépend du temps d'immersion et qu'un produit en caoutchouc très épais peut rester inchangé « à cœur » pendant toute sa durée d'utilisation. En outre, il s'est avéré que l'action d'un liquide sur le caoutchouc, particulièrement à haute température, peut être

notablement affectée par la présence d'oxygène atmosphérique. Cependant, les essais décrits dans la présente Norme internationale peuvent fournir des renseignements précieux sur l'aptitude à l'emploi d'un caoutchouc en présence d'un liquide donné et peuvent en particulier constituer un moyen de contrôle utile lors de la mise au point de caoutchoucs résistants aux huiles, aux combustibles liquides ou à d'autres liquides.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour évaluer 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 sélectionnés. Les liquides considérés comprennent des dérivés du pétrole, des solvants organiques et des réactifs chimiques.

## 2 Références

- ISO 37, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*
- ISO 48, *Élastomères vulcanisés — Détermination de la dureté (Dureté comprise entre 30 et 85 DIDC).*
- ISO 175, *Plastiques — Détermination de l'action des agents chimiques liquides, y compris l'eau.*
- ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*
- ISO 1826, *Caoutchouc vulcanisé — Délai entre vulcanisation et essai — Spécifications.*
- ISO 2592, *Produits pétroliers — Détermination des points d'éclair et de feu — Méthode Cleveland en vase ouvert.*
- ISO 2977, *Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés — Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange.*
- ISO 3104, *Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.*
- ISO 3675, *Pétales bruts et produits pétroliers liquides — Détermination en laboratoire de la masse volumique ou de la densité relative — Méthode à l'aréomètre.*

ISO 4661, *Caoutchouc — Préparation des éprouvettes.*

ISO 5282, *Hydrocarbures aromatiques — Dosage du soufre — Méthode par réduction et spectrophotométrie de Pitt-Ruprecht.*

ISO 5661, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Détermination de l'indice de réfraction.*

### 3 Liquides d'essai

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

3.2 Lorsqu'on désire obtenir des renseignements sur le comportement probable d'un vulcanisat au contact d'un liquide déterminé, c'est ce liquide qui, en principe, doit être utilisé pour l'essai. Toutefois, les liquides commerciaux n'ont pas toujours une composition constante et l'essai doit donc, chaque fois que possible, être effectué également sur un caoutchouc témoin de variation de volume connue; des résultats anormaux dus à des variations dont l'existence était insoupçonnée dans les liquides commerciaux seront ainsi mis en évidence. Il est indispensable de prévoir un volume de liquide suffisant pour une série déterminée d'essais.

Les huiles minérales et les carburants sont sujets à des variations appréciables de composition chimique, même s'ils répondent à une spécification reconnue. Le point d'aniline d'une huile minérale donne une indication sur sa teneur en hydrocarbures aromatiques et aide à caractériser l'action de l'huile sur le caoutchouc, bien que le point d'aniline seul ne soit pas suffisant pour caractériser une huile minérale; toutes autres choses étant égales, l'action d'une huile est d'autant plus sévère que le point d'aniline est plus bas. Si une huile minérale est employée comme liquide d'essai, le procès-verbal d'essai doit indiquer par conséquent la masse volumique, l'indice de réfraction, la viscosité et le point d'aniline ou la teneur en aromatiques de l'huile. Pour les huiles minérales de référence décrites dans l'annexe, on utilise des huiles minérales raffinées. Les huiles utilisées en service qui présentent des caractéristiques de fluides analogues aux huiles de référence (voir l'annexe, chapitres A.1 à A.3) n'auront pas nécessairement le même effet sur le matériau que ces dernières. Certains carburants, en particulier l'essence, varient largement de composition et dans le cas de certains constituants, des variations minimales peuvent avoir une grande influence sur l'effet exercé sur le caoutchouc. Tous les détails de la composition du carburant utilisé doivent donc être inclus dans le procès-verbal d'essai.

3.3 Étant donné que les liquides commerciaux peuvent ne pas avoir une composition tout à fait constante, on doit utiliser un liquide d'immersion de référence constitué de composés chimiques ou de mélanges de composés chimiques bien définis aux fins de la classification des caoutchoucs vulcanisés ou du contrôle de qualité. Quelques liquides appropriés sont recommandés dans l'annexe.

Lors des essais destinés à déterminer l'effet des solutions chimiques, la concentration des solutions doit être adaptée à l'application proposée.

### 4 Délai entre vulcanisation et essai

Sauf spécification contraire pour des raisons techniques, les conditions de délai suivantes, conformes à l'ISO 1826, doivent être respectées.

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

4.2 Pour les essais sur des produits non manufacturés, le délai maximal entre vulcanisation et essai doit être de 4 semaines et, pour les mesures destinées à être comparées, les essais devraient autant que possible être effectués après le même délai.

4.3 Pour les essais effectués sur des produits manufacturés, le délai entre vulcanisation et essai ne doit pas dépasser 3 mois, dans toute la mesure du possible. Pour les autres cas, les essais doivent être effectués dans les 2 mois qui suivent la date de réception du produit par le client.

### 5 Conditionnement des éprouvettes

Les éprouvettes de caoutchouc requises pour l'essai, à l'état de réception, doivent être conditionnées durant au moins 3 h à l'une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 471. La même température doit être conservée tout au long d'un essai ou d'une série d'essais comparatifs.

### 6 Température d'immersion

L'immersion doit être effectuée de préférence à l'une ou à plusieurs des températures normales suivantes, énumérées dans l'ISO 471 :

$-70 \pm 1$ ,  $-55 \pm 1$ ,  $-40 \pm 1$ ,  $-25 \pm 1$ ,  $-10 \pm 1$ ,  $0 \pm 1$  °C  
 $20 \pm 2$ ,  $23 \pm 2$ ,  $27 \pm 2$  °C  
 $40 \pm 1$ ,  $55 \pm 1$ ,  $70 \pm 1$ ,  $85 \pm 1$ ,  $100 \pm 1$  °C  
 $125 \pm 2$ ,  $150 \pm 2$ ,  $175 \pm 2$ ,  $200 \pm 2$ ,  $225 \pm 2$ ,  $250 \pm 2$  °C

Étant donné que les températures élevées accroissent considérablement l'oxydation du caoutchouc, la volatilisation ou la décomposition du liquide d'immersion, et aussi les effets des additifs chimiquement actifs présents dans le liquide (par exemple dans les « liquides de service »), il est très important de bien choisir la température d'essai et le taux d'arrivée d'air.

Dans les essais destinés à simuler des conditions de service et effectués dans le liquide avec lequel le caoutchouc sera effectivement en contact, les conditions d'essai doivent être voisines de celles qui se présentent en service en utilisant la température normale la plus basse, égale ou supérieure à la température de service.

### 7 Durée d'immersion

Le taux de pénétration des liquides dans les caoutchoucs étant fonction de la nature du caoutchouc et du liquide et de la température, il est impossible d'adopter une seule durée

d'immersion. Pour des essais de réception, il est recommandé de procéder à des mesurages après plusieurs durées d'immersion de façon à déterminer la variation de volume, de masse ou de dimensions, en fonction du temps. La durée totale doit, si possible, s'étendre bien au-delà du point d'absorption maximale. Pour des essais de contrôle, il peut ne pas être nécessaire d'atteindre l'absorption maximale; dans de tels cas, une seule immersion peut suffire et l'une des durées suivantes devrait alors être utilisée:

$22 \pm 0,25$ h	$72 \pm \frac{0}{2}$ h
7 jours $\pm$ 2 h	multiples de 7 jours $\pm$ 2 h

Dans les essais de variation du volume, de la masse ou des dimensions dans lesquels la durée d'immersion est insuffisante pour atteindre l'absorption maximale, les éprouvettes doivent avoir une épaisseur sensiblement constante (voir note 2 de 8.2.2).

Dans les essais de variation des propriétés physiques, il est préférable d'utiliser une durée d'immersion suffisante pour permettre d'atteindre l'équilibre.

NOTE — Puisque, initialement, la quantité de liquide absorbée est proportionnelle à la racine carrée du temps, plutôt qu'au temps proprement dit, il est conseillé d'évaluer le temps nécessaire pour atteindre l'« absorption maximale » en portant sur un graphique la quantité absorbée en fonction de la racine carrée du temps.

## 8 Détermination de la variation de volume, de la variation de masse ou de la variation dimensionnelle

### 8.1 Généralités

Trois méthodes permettant d'étudier les caractéristiques de résistance aux liquides des caoutchoucs sont décrites, à savoir:

- la méthode volumétrique;
- la méthode gravimétrique;
- la méthode par mesurage de la variation des dimensions.

La méthode volumétrique est plus précise que la méthode de mesurage de la variation dimensionnelle et est la méthode à utiliser de préférence lorsqu'il s'agit de connaître la variation de volume due à l'immersion.

La méthode de mesurage de la variation dimensionnelle est utile pour déterminer l'anisotropie du caoutchouc et devrait être utilisée lorsqu'il s'agit de déterminer les variations des dimensions linéaires, celles-ci ne pouvant pas toujours être calculées à partir de la variation de volume en raison de l'effet de l'anisotropie du caoutchouc. La méthode gravimétrique peut être utilisée comme essai de contrôle de la qualité et peut être associée à la méthode volumétrique, une grande partie du mode opératoire étant commune aux deux méthodes.

## 8.2 Méthodes volumétrique et gravimétrique

### 8.2.1 Appareillage

Le choix de l'appareillage est déterminé par la température d'essai et par la volatilité du liquide d'essai. Pour les essais effectués à des températures sensiblement inférieures au point de distillation du liquide d'essai, utiliser un flacon ou un tube en verre, bouché, de dimensions telles que les éprouvettes restent complètement immergées dans le volume spécifié du liquide d'essai et que toutes leurs surfaces soient bien exposées sans restriction. Pour les essais effectués à des températures voisines du point de distillation du liquide d'essai, munir le flacon ou le tube d'un réfrigérant à reflux ou de tout autre dispositif approprié permettant de réduire au minimum l'évaporation du liquide d'essai.

La balance à utiliser pour peser les éprouvettes doit être précise à 1 mg.

### 8.2.2 Éprouvette

L'éprouvette doit avoir un volume de 1 à 3 cm<sup>3</sup> et une épaisseur uniforme de  $2 \pm 0,2$  mm. Les éprouvettes découpées dans des feuilles ou des produits peuvent avoir n'importe quelle forme convenable.

#### NOTES

- On peut utiliser des éprouvettes découpées dans des produits finis, y compris à partir de produits finis d'épaisseur inférieure à 1,8 mm; pour les produits d'épaisseur supérieure à 2,2 mm, l'épaisseur de l'éprouvette doit être réduite à  $2 \pm 0,2$  mm.

La méthode de préparation devrait être conforme à l'ISO 4661.

- Dans les essais où l'absorption maximale n'est pas atteinte, une tolérance plus faible, à savoir de  $\pm 0,1$  mm sur l'épaisseur, devrait être adoptée, le pourcentage de variation du volume au cours de la phase initiale d'absorption étant inversement proportionnel à l'épaisseur de l'éprouvette.

### 8.2.3 Mode opératoire

**8.2.3.1** Utiliser trois éprouvettes. Peser chaque éprouvette, à 1 mg près, d'abord dans l'air (masse  $m_1$ ), puis peser à nouveau chaque éprouvette dans l'eau distillée à la température normale de laboratoire (masse  $m_2$ ) (voir note 1 de 8.2.4) en prenant soin de bien éliminer toutes les bulles d'air (voir note 2 de 8.2.4). Si la masse volumique du matériau est inférieure à 1 g/cm<sup>3</sup>, il est nécessaire d'utiliser un cavalier pour peser les éprouvettes dans l'eau afin d'être sûr que ces dernières sont complètement immergées. Si l'on utilise un cavalier, la masse du cavalier seul dans l'eau distillée doit être déterminée séparément (masse  $m_3$ ). Sécher les éprouvettes avec un papier filtre sec ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de peluches.

**8.2.3.2** Placer les éprouvettes convenablement séparées les unes des autres, dans un récipient en verre contenant un volume de liquide d'essai 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 de réfrigérant à reflux, boucher le récipient. Maintenir le liquide d'essai à la température d'essai et protéger les éprouvettes de caoutchouc de la lumière pendant l'essai.

Dans un même récipient, placer uniquement des éprouvettes du même vulcanisat. Si la masse volumique du caoutchouc est

inférieure à celle du liquide, utiliser un moyen permettant de maintenir les éprouvettes entièrement au-dessous de la surface du liquide.

À la fin de la durée d'immersion, ramener si nécessaire les 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 pendant une durée comprise entre 10 et 30 min. Éliminer l'excédent du liquide d'essai resté sur chaque éprouvette (voir note 3 de 8.2.4).

**8.2.3.3** Déterminer immédiatement la masse de chaque éprouvette dans l'air (masse  $m_3$ ), à 1 mg près, puis les peser dans l'eau distillée (masse  $m_4$ ) à la température normale de laboratoire. Si le liquide d'essai est relativement volatil à température ambiante, tracer une courbe d'évaporation pour les échantillons suspendus librement au fléau de la balance. La courbe des masses en fonction de la racine carrée du temps doit donner une droite. On extrapolera celle-ci au temps zéro, qui sera pris comme l'instant auquel l'échantillon est retiré du liquide ou est débarrassé du liquide excédentaire. La masse de l'éprouvette doit être déterminée toutes les 20 ou 30 s, durant 2 min au plus, ce qui peut être fait aisément avec une balance automatique. Remettre l'éprouvette immédiatement dans le liquide d'essai et l'y laisser durant 30 à 60 min avant d'effectuer la pesée dans l'eau distillée. On peut encore utiliser la méthode au vase à peser, dans laquelle le temps de transfert de l'éprouvette ne doit pas être supérieur à 30 s après le retrait de celle-ci du liquide.

Les pesées dans l'eau distillée ( $m_2$  et  $m_4$ ) et la pesée du cavalier ( $m_5$ ) peuvent être omises s'il s'agit seulement de déterminer la variation de masse.

Si l'essai doit être poursuivi, remettre immédiatement les éprouvettes dans le liquide d'essai, puis dans l'étuve ou le bain thermorégulés.

**8.2.4 Expression des résultats**

Calculer la variation de volume  $\Delta V_{100}$  et/ou la variation de masse  $\Delta m_{100}$ , en pourcentage, à l'aide des formules

$$\Delta V_{100} = \frac{(m_3 - m_4 + m_5) - (m_1 - m_2 + m_5)}{(m_1 - m_2 + m_5)} \times 100$$

$$\Delta m_{100} = \frac{m_3 - m_1}{m_1} \times 100$$

où

- $m_1$  est la masse initiale de l'éprouvette dans l'air ;
- $m_2$  est la masse apparente initiale de l'éprouvette (compte tenu du cavalier, s'il y a lieu) dans l'eau ;
- $m_3$  est la masse de l'éprouvette dans l'air après immersion ;
- $m_4$  est la masse apparente de l'éprouvette (compte tenu du cavalier, s'il y a lieu) dans l'eau après immersion ;
- $m_5$  est la masse apparente du cavalier dans l'eau.

Prendre comme résultat la moyenne des valeurs obtenues pour les trois éprouvettes.

**NOTES**

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

Pour un liquide de ce type, s'il n'est pas trop visqueux ou volatil à température ambiante, les pesées  $m_2$ ,  $m_4$  et  $m_5$  peuvent être faites dans le liquide d'essai au lieu de l'eau, et les valeurs trouvées peuvent être utilisées dans la formule pour calculer la variation de volume en pourcentage ; dans ce cas, les pesées  $m_4$  et  $m_5$  doivent être effectuées dans une portion fraîche du liquide d'essai.

Si cela n'est pas réalisable, utiliser le même mode opératoire que pour la méthode par déplacement d'eau, en omettant toutefois la pesée finale dans l'eau, et calculer la variation de volume, en pourcentage, à l'aide de la formule

$$\Delta V_{100} = \frac{(m_3 - m_1)}{\rho(m_1 - m_2 + m_5)} \times 100$$

où  $\rho$  est la masse volumique du liquide d'essai à la température normale de laboratoire ; cette formule peut n'être qu'approximative si le liquide d'essai est un mélange, car la masse volumique du liquide absorbé peut être différente de celle du liquide dans son ensemble. En outre, la masse volumique des matières extraites du caoutchouc peut être différente de celle du liquide d'essai.

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

3 La méthode adoptée pour éliminer l'excédent du liquide de la surface de l'éprouvette variera selon la nature du liquide. Lorsqu'on utilisera un liquide volatil mobile tel que l'iso-octane ou le toluène, retirer et essuyer rapidement l'échantillon avec un papier filtre ou un morceau de tissu textile qui ne laisse pas de peluches. On peut rencontrer quelque difficulté à éliminer complètement les huiles visqueuses non volatiles par cette méthode et il peut être nécessaire de plonger rapidement l'éprouvette dans un liquide volatil approprié tel que du méthanol ou de l'éther de pétrole, et de la sécher à nouveau avec un papier filtre ou un morceau de tissu qui ne laisse pas de peluches.

**8.3 Méthodes de détermination des variations dimensionnelles**

**8.3.1 Méthodes de détermination des variations de longueur, de largeur et d'épaisseur**

**8.3.1.1 Appareillage**

L'appareillage d'immersion des éprouvettes doit être tel que décrit en 8.2.1.

L'appareil de mesurage de l'épaisseur des éprouvettes doit être constitué d'un comparateur à cadran de précision suffisante, maintenu fermement dans un support rigide sur un socle plan. Le comparateur doit être gradué en divisions de 0,01 mm. Le palpeur doit être muni d'une touche circulaire plane ayant une aire d'environ 100 mm<sup>2</sup>, qui doit être perpendiculaire au palpeur et parallèle au socle. Le comparateur doit exercer sur le caoutchouc une pression d'environ 2 kPa.

L'appareil utilisé pour mesurer la longueur et la largeur des éprouvettes doit être gradué en divisions de 0,01 mm et doit opérer de préférence sans contact avec l'éprouvette, par exemple avec un système optique.

**8.3.1.2 Éprouvette**

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

de préférence de  $2 \pm 0,2$  mm. Les côtés de l'éprouvette doivent être coupés net et à angle droit par rapport aux faces supérieure et inférieure. Lorsque le sens du grain dû au calandrage est connu, l'éprouvette doit être découpée de manière à ce que son grand axe soit parallèle au sens du grain.

NOTE — On peut utiliser des éprouvettes découpées dans des produits finis, y compris à partir de produits finis d'épaisseur inférieure à 1,8 mm; pour les produits d'épaisseur supérieure à 2,2 mm, l'épaisseur de l'éprouvette doit être réduite à  $2 \pm 0,2$  mm.

### 8.3.1.3 Mode opératoire

Utiliser trois éprouvettes. Mesurer la longueur initiale de chaque éprouvette, selon son axe, à 0,5 mm près (effectuer des mesurages sur les faces supérieure et inférieure et prendre la moyenne des deux mesures). Mesurer de même la largeur initiale en effectuant au total quatre mesurages, un sur la face supérieure et un sur la face inférieure, près de chacune des extrémités de l'éprouvette.

Mesurer l'épaisseur initiale en quatre points différents de l'éprouvette à l'aide du comparateur à cadran et prendre la moyenne des résultats. Effectuer tous les mesurages en maintenant l'éprouvette à la température normale de laboratoire.

Suivre le mode opératoire décrit en 8.2.3.2.

Mesurer à nouveau la longueur, la largeur et l'épaisseur de chaque éprouvette comme décrit ci-dessus, les échantillons étant maintenus à la température normale de laboratoire.

Si le liquide d'essai est notablement volatil à température ambiante, les mesurages doivent être effectués dans la minute qui suit le retrait de l'éprouvette du liquide d'essai.

Si l'essai doit être poursuivi, remettre immédiatement les éprouvettes dans le liquide d'essai, puis dans l'étuve ou le bain thermostatisés.

### 8.3.1.4 Expression des résultats

Calculer la variation de longueur  $\Delta l_{100}$ , en pourcentage, à l'aide de la formule

$$\Delta l_{100} = \frac{l - l_0}{l_0} \times 100$$

où

$l_0$  est la longueur initiale;

$l$  est la longueur après immersion.

Calculer de même les variations, en pourcentage, de largeur et d'épaisseur.

Prendre comme résultat la moyenne des valeurs obtenues pour les trois éprouvettes.

## 8.3.2 Méthode de détermination de la variation de surface

### 8.3.2.1 Appareillage

L'appareillage pour l'immersion des éprouvettes doit être tel que décrit en 8.2.1.

L'appareil utilisé pour mesurer les longueurs des diagonales des éprouvettes doit être gradué en divisions de 0,01 mm et doit opérer de préférence sans contact avec l'éprouvette, par exemple avec un système optique.

### 8.3.2.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être rhomboïdale; elle doit être découpée avec un outil de coupe constitué de deux lames parallèles convenablement espacées. Les côtés doivent être tranchés net et à angle droit par rapport aux faces supérieure et inférieure, et deux coupes consécutives doivent être exécutées à peu près à angle droit. L'épaisseur de l'éprouvette doit être normalement de  $2 \pm 0,2$  mm et la longueur des côtés de 8 mm. Il peut être commode d'utiliser des éprouvettes plus minces, par exemple lorsqu'elles sont découpées sur des produits ou lorsqu'il est nécessaire d'atteindre rapidement l'équilibre, mais il se peut que les résultats ne soient pas comparables à ceux obtenus en utilisant l'épaisseur spécifiée. L'emploi d'éprouvettes plus petites diminue la précision des résultats.

### 8.3.2.3 Mode opératoire

Utiliser trois éprouvettes. Mesurer les longueurs initiales des diagonales de chaque éprouvette, à 0,01 mm près, à la température normale de laboratoire.

Suivre le mode opératoire décrit en 8.2.3.2.

Mesurer à nouveau les longueurs des diagonales comme décrit ci-dessus. Si l'on utilise un système de mesure optique, l'opération peut être faite dans un récipient en verre convenable sans retirer les éprouvettes du liquide d'essai.

Si l'essai doit être poursuivi, remettre immédiatement les éprouvettes dans le liquide d'essai, puis dans l'étuve ou le bain thermostatisés.

### 8.3.2.4 Expression des résultats

Calculer la variation de surface  $\Delta A_{100}$ , en pourcentage, à l'aide de la formule

$$\Delta A_{100} = 100 \left[ \frac{l_A l_B}{l_a l_b} - 1 \right]$$

où

$l_A$  et  $l_B$  sont les longueurs des diagonales après immersion;

$l_a$  et  $l_b$  sont les longueurs des diagonales avant immersion.

Au besoin, la variation de volume  $\Delta V_{100}$ , en pourcentage, peut être calculée à l'aide de la formule

$$\Delta V_{100} = 100 \left[ \left( \frac{l_A l_B}{l_a l_b} \right)^{3/2} - 1 \right]$$

NOTE — La formule pour le calcul de la variation de volume en pourcentage suppose un gonflement isotrope. S'il existe un doute, la variation de volume en pourcentage devrait être déterminée par la méthode volumétrique qui est la méthode préférentielle.

## 9 Détermination des matières solubles extraites

### 9.1 Généralités

Si le liquide d'essai est très volatil, la quantité de matière extraite de l'éprouvette peut être déterminée

- a) soit en séchant l'éprouvette traitée et en comparant sa masse à la masse avant immersion ;
- b) soit en évaporant jusqu'à siccité le liquide d'essai et en pesant le résidu non volatil.

Les deux méthodes sont sujettes à erreur. Dans la méthode consistant à peser l'éprouvette séchée, le matériau peut s'être oxydé en cas de présence d'air pendant l'immersion, surtout à haute température. Dans la méthode consistant à évaporer le liquide d'essai, il peut y avoir perte de substances extraites volatiles, en particulier de plastifiants. Les deux méthodes sont décrites dans la présente Norme internationale, et le choix doit être effectué en fonction de la nature du matériau et des conditions d'essai.

Il est difficile de définir avec précision ce qu'est un liquide « très volatil », mais on peut estimer que les modes opératoires décrits ne sont pas applicables aux liquides moins volatils que les liquides de référence A, B, C, D et E indiqués dans l'annexe, c'est-à-dire aux liquides dont le point de distillation est supérieur à 110 °C.

### 9.2 Éprouvette

La détermination des matières solubles peut être effectuée après la détermination de la variation de volume ou de dimensions par les méthodes décrites en 8.2 et 8.3, en utilisant l'éprouvette appropriée décrite en 8.2.2 ou 8.3.2.2.

### 9.3 Mode opératoire

#### 9.3.1 Méthode par pesée de l'éprouvette séchée

Après immersion, sécher l'éprouvette sous une pression d'air absolue d'environ 20 kPa, à une température d'environ 40 °C, jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre des pesées successives effectuées à 30 min d'intervalle ne dépasse pas 1 mg.

#### 9.3.2 Méthode par évaporation du liquide d'essai

Transvaser le liquide dans lequel l'éprouvette a été immergée dans un récipient convenable et laver l'éprouvette avec 25 ml de liquide neuf qui doivent être ensuite versés dans le même récipient. Évaporer le liquide et sécher le résidu sous une pression d'air absolue d'environ 20 kPa, à une température d'environ 40 °C, jusqu'à masse constante.

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

## 9.4 Expression des résultats

Selon la méthode employée, la masse de matières solubles extraites est égale à

- a) la différence entre la masse initiale de l'éprouvette et sa masse après immersion et séchage dans le cas de la méthode par pesée de l'éprouvette séchée ;
- b) la masse du résidu séché, corrigée de la valeur obtenue lors de l'essai à blanc effectué sur le liquide d'essai, dans le cas de la méthode par évaporation du liquide d'essai.

Dans l'un et l'autre cas, exprimer la masse en pourcentage de la masse initiale de l'éprouvette.

## 10 Détermination de la variation des propriétés physiques après immersion

### 10.1 Essai de traction-allongement

#### 10.1.1 Appareillage

10.1.1.1 Appareillage pour immersion, tel que décrit en 8.2.1.

10.1.1.2 Appareillage pour essai de traction, tel que décrit dans l'ISO 37.

#### 10.1.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être soit un anneau, soit un haltère, comme décrit dans l'ISO 37.

#### 10.1.3 Mode opératoire

Mesurer l'aire de la section droite de l'éprouvette comme décrit dans l'ISO 37, puis suivre le mode opératoire décrit en 8.2.3.2. (La température d'immersion doit être choisie conformément aux indications données dans le chapitre 6 et la durée d'immersion doit être de préférence suffisante pour atteindre l'absorption maximale.)

Dans le cas des éprouvettes haltères, les traits repères doivent être tracés sur l'éprouvette gonflée, comme décrit dans l'ISO 37. Dans le cas des éprouvettes annulaires, mesurer les diamètres intérieurs au moyen d'un triboulet. Effectuer l'essai de traction à la température normale de laboratoire dans les 3 min qui suivent l'instant où l'éprouvette a été retirée définitivement du liquide d'essai. Effectuer aussi, à titre comparatif, des essais sur des éprouvettes n'ayant pas été immergées.

#### 10.1.4 Expression des résultats

Calculer la résistance à la traction par unité d'aire de la section droite initiale de l'éprouvette avant immersion, et exprimer la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.



Calculer l'allongement à la rupture en pourcentage de la distance entre repères pour l'éprouvette haltère après immersion, ou en pourcentage d'accroissement de la circonférence intérieure de l'éprouvette annulaire après immersion, et exprimer le résultat par la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.

Calculer la contrainte correspondant à un allongement donné par rapport à la section droite initiale de l'éprouvette avant immersion, et exprimer la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé. (Noter cependant que l'allongement auquel est mesuré le module est celui du caoutchouc après immersion.)

## 10.2 Essais de dureté

### 10.2.1 Généralités

La dureté doit être mesurée à l'aide du micro-essai décrit dans l'ISO 48. Par ailleurs, l'essai normal de dureté spécifié dans l'ISO 48 peut être également utilisé avec deux éprouvettes empilées (voir 10.2.3), auquel cas le résultat doit être exprimé en dureté apparente.

### 10.2.2 Appareillage

#### 10.2.2.1 Appareillage d'immersion, tel que décrit en 8.2.1.

#### 10.2.2.2 Appareillage de mesure de la dureté, tel que décrit dans l'ISO 48.

### 10.2.3 Éprouvette

L'éprouvette doit avoir des faces parallèles et planes, une épaisseur uniforme de  $2,0 \pm 0,2$  mm et les autres dimensions au moins égales à 8 mm.

### 10.2.4 Mode opératoire

Mesurer la dureté de l'éprouvette à la température normale de laboratoire comme décrit dans l'ISO 48, puis suivre le mode opératoire décrit en 8.2.3.2. (La température d'immersion doit être choisie conformément aux indications données dans le chapitre 6 et la durée d'immersion doit être de préférence suffisante pour atteindre l'absorption maximale.)

Mesurer à nouveau la dureté comme décrit dans l'ISO 48 à la température normale de laboratoire, dans les 3 min qui suivent l'instant où l'éprouvette a été retirée définitivement du liquide d'essai.

### 10.2.5 Expression des résultats

Enregistrer la dureté avant immersion en degrés internationaux de dureté du caoutchouc (DIDC) comme indiqué dans l'ISO 48.

Enregistrer également la variation de dureté comme différence entre la valeur obtenue après immersion et celle obtenue avant immersion.

NOTE — Il ne sera ordinairement pas possible d'avoir la même épaisseur d'éprouvette avant et après immersion. Un accroissement après immersion donnera une dureté légèrement plus faible et donc strictement comparable à la mesure obtenue avant immersion. Toutefois, avec des éprouvettes ayant l'épaisseur recommandée, et pourvu que l'augmentation de volume ne soit pas supérieure à 200 %, l'erreur résultante ne dépassera pas environ 2 DIDC.

## 11 Détermination de la variation de propriétés physiques après immersion et séchage

### 11.1 Essais de traction-allongement

#### 11.1.1 Appareillage

##### 11.1.1.1 Appareillage d'immersion, tel que décrit en 8.2.1.

##### 11.1.1.2 Appareillage pour essai de traction, tel que décrit dans l'ISO 37.

#### 11.1.2 Éprouvette

L'éprouvette doit être l'une de celles décrites dans l'ISO 37.

#### 11.1.3 Mode opératoire

Suivre le mode opératoire décrit en 10.1.3 jusqu'au traitement d'immersion compris. Sécher ensuite l'éprouvette sous une pression absolue d'environ 20 kPa, à une température d'environ 40 °C, jusqu'à masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre des pesées successives effectuées à 30 min d'intervalle ne dépasse pas 1 mg. Refroidir l'éprouvette à température ambiante et la conditionner en la maintenant à la température normale de laboratoire durant au moins 3 h. Déterminer les propriétés de traction suivant le mode opératoire décrit dans l'ISO 37.

#### 11.1.4 Expression des résultats

Calculer la résistance à la traction par unité d'aire de la section droite initiale de l'éprouvette avant immersion, et exprimer la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.

Calculer l'allongement à la rupture en pourcentage de la distance entre repères pour l'éprouvette haltère après immersion et séchage, ou en pourcentage d'accroissement de la circonférence intérieure de l'éprouvette annulaire après immersion et séchage, et exprimer le résultat par la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé.

Calculer la contrainte correspondant à un allongement donné par rapport à la section droite initiale de l'éprouvette avant immersion, et exprimer la variation en pourcentage de la valeur correspondant au matériau non immergé. (Noter cependant que l'allongement auquel est mesuré le module est celui du caoutchouc après immersion et séchage.)