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

**Partie 1:
Essais à température constante**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of stress
relaxation in compression —*

Part 1: Testing at constant temperature

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos..... | iv |
| Introduction..... | v |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Principe | 2 |
| 5 Appareillage | 3 |
| 6 Étalonnage | 4 |
| 7 Éprouvette | 4 |
| 7.1 Type et préparation des éprouvettes..... | 4 |
| 7.1.1 Généralités..... | 4 |
| 7.1.2 Éprouvettes cylindriques..... | 4 |
| 7.1.3 Éprouvettes annulaires..... | 4 |
| 7.2 Mesurage des dimensions des éprouvettes..... | 5 |
| 7.3 Nombre d'éprouvettes..... | 5 |
| 7.4 Délai entre fabrication et essais..... | 5 |
| 7.5 Conditionnement des éprouvettes..... | 5 |
| 8 Durée, température et liquide d'essai | 6 |
| 8.1 Durée de l'essai..... | 6 |
| 8.2 Température d'exposition..... | 6 |
| 8.3 Liquides d'immersion..... | 6 |
| 9 Mode opératoire | 6 |
| 9.1 Préparation..... | 6 |
| 9.2 Mesurage de l'épaisseur..... | 7 |
| 9.2.1 Éprouvettes cylindriques..... | 7 |
| 9.2.2 Éprouvettes annulaires..... | 7 |
| 9.3 Méthode A..... | 7 |
| 9.4 Méthode B..... | 7 |
| 10 Expression des résultats | 8 |
| 11 Fidélité | 9 |
| 12 Rapport d'essai | 9 |
| Annexe A (informative) Fidélité | 10 |
| Annexe B (normative) Programme d'étalonnage | 12 |
| Bibliographie | 14 |

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 3384-1:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Elle incorpore également l'Amendement ISO 3384-1:2011/Amd.1:2013.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les modes opératoires ont été approfondis;
- l'exigence relative au dispositif de compression (5.1) a été harmonisée avec celle d'autres Normes internationales.
- le contenu de l'ISO 3384-1:2011/Amd.1:2013 a été incorporé (Annexe B).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 3384 se trouve sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <http://www.iso.org/fr/members.html>.

Introduction

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

Les essais en compression sont normalement réalisés dans des conditions de contrainte continue (c'est-à-dire que l'éprouvette reste sous contrainte tout au long de l'essai), et sont donc une mesure de la force d'étanchéité. Il est à noter que les termes continu et discontinu utilisés dans le présent document se rapportent au fait que le mesurage de la force est effectué en continu ou à intervalles réguliers.

Les essais utilisant la contrainte de relaxation en traction comme mesure du vieillissement sont donnés dans l'ISO 6914.

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

Lorsqu'il s'agit d'étudier la durée de vie d'un matériau, celle-ci peut être déterminée à l'aide de la méthode décrite dans l'ISO 11346.

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019>

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

Partie 1: Essais à température constante

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux modes opératoires de détermination de la diminution de la force de réaction exercée par une éprouvette de caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique comprimée sous déformation constante et maintenue ainsi à une température d'essai prédéterminée.

La force de réaction peut être déterminée au moyen d'un système de mesure continue ou d'un système de mesure discontinue.

Deux méthodes d'essai sont spécifiées, la méthode A et la méthode B. Dans la méthode A, la compression et tous les mesurages de force de réaction sont réalisés à la température d'essai et dans la méthode B, la compression et tous les mesurages de force de réaction sont réalisés à la température normale de laboratoire.

La méthode A et la méthode B ne donnent pas les mêmes résultats, car dans la méthode B, la rétraction thermique du matériau lors du passage de la température d'essai à la température normale de laboratoire est inclus dans le résultat.

Deux formes d'éprouvette sont spécifiées dans le présent document: éprouvettes cylindriques et annulaires. La comparaison des résultats n'est valable que si elle est faite pour des éprouvettes de taille et de forme similaires.

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

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

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les

références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 37:2017, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

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

ISO 18899:2013, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

ISO 23529:2016, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 relaxation de contrainte en compression

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384-1:2019

4 Principe

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019>

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

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

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

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

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

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

5 Appareillage

5.1 Dispositif de compression, comprenant deux plaques parallèles, planes, parfaitement polies et en acier chromé ou inoxydable ou tout autre matériau résistant à la corrosion, entre les faces desquelles l'éprouvette est comprimée.

Les plaques doivent être:

- suffisamment rigides pour ne pas fléchir de plus de 0,01 mm lorsqu'une éprouvette comprimée est en place;
- être de dimensions suffisantes pour que l'éprouvette, une fois comprimée entre les plaques, ne déborde pas de la surface et pour qu'elle puisse se dilater librement latéralement.

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

Lorsque l'appareillage est assemblé sans mise en place d'une éprouvette, l'écart entre les plaques ne doit pas varier de plus de $\pm 0,01$ mm pour les dispositifs de serrage en discontinu et de plus de $\pm 0,1$ mm pour les dispositifs de serrage en continu.

NOTE Le parallélisme n'est pas aussi critique pour les dispositifs de serrage en continu, car ils ne sont comprimés qu'une seule fois.

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

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

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

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

Mode opératoire en continu

Le dispositif peut être un système de mesure continu qui assure le suivi tout au long de la durée de l'essai, permettant de mesurer la variation de la force de réaction en fonction du temps de façon continue. La déformation de l'éprouvette doit être maintenue dans les limites de $\pm 0,01$ mm pendant la durée de l'essai. S'il n'est pas possible de maintenir la déformation constante avec cette tolérance en raison de l'effet ressort dans les cellules de charge, une correction peut être faite mécaniquement ou mathématiquement.

Ce mode opératoire est surtout utilisé pour les essais selon la méthode A, mais peut être utilisée pour la méthode B en utilisant une étuve permettant de réaliser des cycles de température.

Mode opératoire en discontinu

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

résultant de la compression supplémentaire doit agir sur le dispositif de mesure de la force. Il doit aussi être possible de répéter la compression dans la limite de $\pm 0,01$ mm d'un mesurage à l'autre.

Ce mode opératoire est surtout utilisé pour les essais selon la méthode B, mais peut être utilisée pour la méthode A en utilisant une étuve pendant les mesurages.

5.3 Environnement d'essai

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

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

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

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

NOTE Un capteur Pt100 a été trouvé approprié pour le mesurage de la température.

[ISO 3384-1:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96becd43-d163-4796-a2e2-01712c007485/iso-3384-1-2019>

6 Étalonnage

Les exigences relatives à l'étalonnage de l'appareillage d'essai sont données dans l'[Annexe B](#).

7 Éprouvette

7.1 Type et préparation des éprouvettes

7.1.1 Généralités

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

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

7.1.2 Éprouvettes cylindriques

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

7.1.3 Éprouvettes annulaires

L'éprouvette annulaire préférentielle est un anneau à section carrée, découpé au moyen d'un emporte-pièce rotatif dans une feuille plane du matériau d'essai. Pour une machine appropriée à la préparation d'éprouvettes annulaires de petite taille, voir l'Annexe A de l'ISO 37:2017.

Les dimensions des éprouvettes doivent être:

- épaisseur: 2,0 mm \pm 0,2 mm;
- diamètre intérieur: 15,0 mm \pm 0,2 mm;
- largeur radiale: 2,0 mm \pm 0,2 mm.

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

Il est également possible d'utiliser comme éprouvette normalisée un joint torique, de code dimensionnel ISO 3601-1-14 \times 2,65-G-N, tel que spécifié dans l'ISO 3601-1:2012 (diamètre intérieur de 14 mm et diamètre de section de 2,65 mm).

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

NOTE Certaines machines d'essai sont équipées de dispositifs de serrage dans lesquels l'éprouvette est comprimée par vissage à fond d'une plaque de compression. Cela donne une épaisseur fixe sous contrainte. Les éprouvettes avec les tolérances données ci-dessus ne subissent pas nécessairement la déformation par compression requise, lorsqu'elles sont soumises à essai dans de tels dispositifs de serrage. Il est important que la déformation par compression, dans les limites données en [9.3.4](#) et [9.4.3](#) soit obtenue grâce à une adaptation minutieuse du dispositif de serrage à l'éprouvette.

7.2 Mesurage des dimensions des éprouvettes

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

7.3 Nombre d'éprouvettes

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

7.4 Délai entre fabrication et essais

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

7.5 Conditionnement des éprouvettes

7.5.1 Avant de procéder aux essais, les éprouvettes doivent subir un conditionnement, d'abord thermique puis mécanique, tel que décrit en [7.5.2](#) et [7.5.3](#).

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

NOTE Certains échantillons, en particulier les élastomères thermoplastiques, peuvent contenir des contraintes de moulage, et le conditionnement thermique pour soulager ces contraintes peut améliorer la reproductibilité des résultats.

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

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