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

Rubber — Determination of crystallization effects by hardness measurements

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e048a8ee-fc8a-4b63-8d34-e1a3263b3c6b/iso-3387-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e048a8ee-fc8a-4b63-8d34-e1a3263b3c6b/iso-3387-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e048a8ee-fc8a-4b63-8d34-e1a3263b3c6b/iso-3387-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e048a8ee-fc8a-4b63-8d34-e1a3263b3c6b/iso-3387-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	2
6 Étalonnage	2
7 Éprouvettes	2
7.1 Dimensions.....	2
7.2 Préparation.....	3
7.2.1 Caoutchouc vulcanisé.....	3
7.2.2 Caoutchouc brut et non vulcanisé.....	3
7.3 Conditionnement.....	3
7.3.1 Délai entre vulcanisation et essai.....	3
7.3.2 Décristallisation et conditionnement.....	3
8 Température et durée de l'essai	4
8.1 Température.....	4
8.2 Durée.....	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Mesurage de la dureté.....	4
9.2 Dureté d'origine.....	5
9.3 Dureté initiale à température d'essai.....	5
9.4 Augmentation de dureté due à la cristallisation.....	5
10 Expression des résultats	5
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Programme d'étalonnage	9
Bibliographie	11

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/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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3387:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- Les références normatives ont été mises à jour à [l'Article 2](#).
- Le choix de la méthode et la façon d'effectuer les mesures ont été expliqués plus en détail au [9.1](#).
- Les informations relatives à la mesure de dureté d'origine ont été révisées au [9.2](#).

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>.

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

1 Domaine d'application

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

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

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

2 Références normatives

Les documents 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 48-2:2018, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté — Partie 2: Dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC*

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

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

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le document.

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/>

4 Principe

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

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

5 Appareillage

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

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

5.2 Appareil de mesure de la dureté, conforme à l'ISO 48-2. Les lubrifiants, s'ils sont utilisés, doivent être d'un type approprié, afin de ne pas provoquer de frottements dans l'appareil à la température d'essai.

L'appareil de mesure de la dureté utilisé dans ce mode opératoire d'essai est normalement conditionné et fonctionne à l'intérieur de la chambre froide. Un dispositif spécial peut également être utilisé lorsque le corps de l'appareil de mesure de la dureté est placé à l'extérieur de la chambre froide et relié au pénétrateur dans la chambre froide au moyen d'une tige à faible capacité de conductivité thermique, et construit pour éviter l'introduction de frottement supplémentaire.

5.3 Brucelles ou pinces, pour manipuler les éprouvettes.

5.4 Gants, pour manipuler l'équipement d'essai.

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

6 Étalonnage

ISO 3387:2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e048a8ee-fc8a-4b63-8d34-e1a3263b3c6b/iso-3387-2020>

L'appareillage doit être étalonné conformément au calendrier donné dans l'[Annexe A](#).

7 Éprouvettes

7.1 Dimensions

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

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

Tableau 1 — Dimensions des éprouvettes

Dimensions en millimètres

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

7.2 Préparation

7.2.1 Caoutchouc vulcanisé

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

7.2.2 Caoutchouc brut et non vulcanisé

Les éprouvettes en caoutchouc brut et en mélanges non vulcanisés doivent être préparées en plaçant une quantité appropriée de matière dans un moule préchauffé, puis en appliquant la chaleur et une pression (5.5) pendant une durée appropriée. Le moule, toujours sous pression, doit être refroidi à température normale de laboratoire (voir l'ISO 23529). Après 15 min, la pression doit être supprimée, et l'éprouvette démoulée. Elle ne doit présenter ni bulles ni porosité. La température du moule et la durée d'application de la pression nécessaires pour obtenir une éprouvette convenable dépendent du type de caoutchouc. Une température de 150 °C appliquée durant 3 min s'est révélée appropriée pour de nombreux caoutchoucs bruts, tandis qu'une température de 120 °C appliquée durant 3 min s'est révélée satisfaisante pour de nombreux mélanges de caoutchoucs. Cependant, il peut être nécessaire d'utiliser des durées plus longues ou des températures de moules plus élevées avec certains matériaux, pour obtenir une éprouvette avec des faces lisses et planes. En aucun cas, il ne faut utiliser de conditions entraînant un début de vulcanisation ou de dégradation.

7.3 Conditionnement

7.3.1 Délai entre vulcanisation et essai

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

7.3.2 Décristallisation et conditionnement

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

8 Température et durée de l'essai

8.1 Température

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

- + 23 °C ± 2 °C (température normale de laboratoire)
- + 27 °C ± 2 °C (température normale de laboratoire)
- + 10 °C ± 2 °C
- 0 °C ± 2 °C
- 10 °C ± 2 °C
- 25 °C ± 2 °C
- 40 °C ± 2 °C
- 55 °C ± 2 °C
- 70 °C ± 2 °C

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

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

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

8.2 Durée

Les mesurages de dureté sont généralement effectués après (24_{-0,5}⁰) h et (168₋₂⁰) h de stockage à la température d'essai. Des lectures intermédiaires peuvent être utilisées pour permettre de tracer une courbe de la dureté en fonction du temps (48 h et 96 h sont suggérées). Des délais de stockage plus longs peuvent être utilisés, si la dureté continue à augmenter après 168 h.

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

9 Mode opératoire

9.1 Mesurage de la dureté

Effectuer le mesurage de la dureté conformément à l'ISO 48-2. Pour la dureté initiale, choisir la méthode N, H ou L selon le cas: pour une dureté initiale comprise entre 10 DIDC et 30 DIDC, l'appareil spécifié

pour la méthode L doit être utilisé, pour une dureté initiale comprise entre 30 DIDC et 80 DIDC, l'appareil spécifié pour la méthode N doit être utilisé, et pour une dureté supérieure à 80 DIDC, l'appareil spécifié pour la méthode H doit être utilisé. La méthode choisie doit également être utilisée pour les mesures après exposition à basse température, que la dureté se situe ou non encore dans cette plage. Si l'augmentation de dureté donne des valeurs supérieures à 35 DIDC pour la méthode L, les lectures de dureté doivent être déterminées selon une extension de l'ISO 48-2:2018, Tableau 5, calculée à l'aide de la formule donnée dans l'ISO 48-2:2018, Annexe A.

Effectuer un mesurage en trois ou cinq points différents, répartis sur toute l'éprouvette, et prendre la médiane des résultats. Effectuer les mesurages successifs à des points distants d'au moins 4 mm les uns des autres.

9.2 Dureté d'origine

Si des informations complémentaires sont nécessaires, mesurer en premier lieu la dureté avec l'éprouvette et l'appareillage d'essai conditionnés à température normale de laboratoire (voir l'ISO 23529).

9.3 Dureté initiale à température d'essai

Conditionner l'appareil de mesurage de la dureté (5.2) et les brucelles ou les pinces (5.3), pendant au moins 60 min, dans la chambre froide (5.1), à la température souhaitée.

Placer l'éprouvette dans la chambre froide à la température d'essai désirée. Après 15 min ± 1 min, effectuer un premier relevé de dureté, en utilisant les brucelles ou les pinces pour manipuler l'éprouvette et des gants (5.4) pour manipuler l'équipement d'essai. Si la dureté initiale est supérieure à 85 DIDC, la présente méthode n'est pas applicable.

9.4 Augmentation de dureté due à la cristallisation

Répéter les mesurages de dureté, tels que spécifiés en 9.1, après les durées de stockages spécifiées à la température d'essai.

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

10 Expression des résultats

NOTE L'industrie du caoutchouc utilise le terme équation pour la relation appelée formule. Le terme formule est utilisé pour décrire le tableau des ingrédients d'un composé en caoutchouc.

10.1 Calculer la variation en DIDC ΔH avant et après stockage (voir 8.2) à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$\Delta H = H_t - H_i \quad (1)$$

où

H_i est la dureté initiale;

H_t la dureté après stockage

Voir [Figure 1](#), a)

Enregistrer le résultat comme valeur médiane pour les éprouvettes.

Si l'augmentation de dureté après 168 h est supérieure à 10 DIDC, les valeurs relevées à différentes durées peuvent être portées en fonction du temps (selon une échelle logarithmique) et une courbe reliant