
Norme internationale



3384

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

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la relaxation de contrainte en compression à température ambiante et aux températures élevées

Rubber, vulcanized — Determination of stress relaxation in compression at ambient and at elevated temperatures

Deuxième édition — 1986-10-15

CDU 678.4-063 : 539.389.3

Réf. n° : ISO 3384-1986 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai de compression, essai thermique, essai de relaxation de contrainte.

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 3384 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3384-1979), dont elle constitue une révision mineure.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la relaxation de contrainte en compression à température ambiante et aux températures élevées

0 Introduction

Lorsqu'une déformation constante est imposée au caoutchouc, la force nécessaire pour maintenir 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, une augmentation de la déformation se produit au cours du temps; ce comportement est appelé «fluage».

Les processus responsables de la relaxation de contrainte peuvent être soit de nature physique, soit de nature chimique et dans toutes les conditions normales les deux processus apparaîtront simultanément. Toutefois, à température ambiante et aux basses températures et/ou pour des durées limitées, la relaxation de contrainte est dominée par les processus physiques, tandis qu'aux températures élevées et/ou pour de longues durées, les processus chimiques sont prédominants.

De ce fait, il n'est ni recommandé d'extrapoler les courbes temps/relaxation de contrainte en vue de prédire la relaxation après des périodes beaucoup plus longues que celles de l'essai, ni d'utiliser des essais à température plus élevée comme essais accélérés pour donner une information sur la relaxation de contrainte à température plus basse.

En plus de la nécessité de spécifier la température et les intervalles de temps dans l'essai de relaxation de contrainte, il est également nécessaire de spécifier la contrainte initiale et le passé mécanique de l'éprouvette, puisqu'ils peuvent aussi influencer la relaxation de contrainte mesurée, en particulier dans le cas des caoutchoucs contenant des charges.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la diminution de la force de réaction développée par une éprouvette en caoutchouc vulcanisé qui a été comprimée sous déformation constante dans des conditions déterminées de température et de durée.

NOTE — Les deux méthodes de mesurage A et B ne donnent pas les mêmes valeurs de relaxation de contrainte, aussi faut-il éviter de comparer les valeurs obtenues suivant ces deux méthodes. La méthode à utiliser dépend de l'objet de l'essai. Ainsi, dans le cas d'études fondamentales et pour les applications où le problème est l'étanchéité à des températures élevées, on peut choisir de préférence la méthode A; pour les applications où le problème est le changement cyclique de la température, entre la température normale et une température élevée, la méthode B peut être préférée.

2 Références

ISO 468, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et les essais des éprouvettes.*

ISO 1826, *Caoutchouc vulcanisé — Délai entre vulcanisation et essai — Spécifications.*

ISO 3383, *Caoutchoucs — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais.*

ISO 4648, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination des dimensions des éprouvettes et des produits en vue des essais.*

ISO 4661/1, *Caoutchouc vulcanisé — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 1: Essais physiques.*

3 Définitions

3.1 contrainte: Force, dépendante du temps, nécessaire pour maintenir une déformation de compression constante, divisée par la section initiale sur laquelle la force est appliquée.

3.2 relaxation de contrainte: Diminution de la contrainte qui s'est produite après un temps spécifié, pendant l'application d'une déformation constante, exprimée par un pourcentage de la contrainte au début de ce temps.

4 Principe

4.1 Méthode A

L'éprouvette est comprimée à la température d'essai et elle est maintenue à cette température pendant toute la durée de l'essai, tous les mesurages de force étant effectués à la température d'essai.

4.2 Méthode B

La compression de l'éprouvette et le mesurage initial de la contreforce ont lieu à température normale; l'éprouvette est ensuite conservée dans une chambre régulée à la température d'essai, mais elle est retirée de cette chambre pour chacun des mesurages de force ultérieurs qui sont effectués à température normale.

5 Appareillage

5.1 Dispositif de compression, consistant en deux plaques planes et parallèles en acier inoxydable parfaitement poli, entre les faces desquelles les éprouvettes sont comprimées.

L'état de surface des plaques de compression doit être tel qu'aucun point de cette surface ne présente un écart moyen arithmétique de plus de 0,2 μm de la ligne moyenne du profil (voir ISO 468). Les plaques doivent être suffisamment rigides pour supporter la contrainte sans flexion et doivent être de dimensions suffisantes pour permettre que l'éprouvette comprimée ne déborde pas de leur surface.

Le dispositif de compression doit être relié à un appareillage permettant de porter l'éprouvette à un taux spécifié de compression en un laps de temps de 30 s. Le dispositif doit permettre d'établir et de maintenir la compression pendant toute la durée de l'essai et doit pouvoir être conservé dans une étuve à la température déterminée de l'essai. On doit s'assurer qu'il n'y a pas de déperdition de chaleur de l'éprouvette, par exemple par transmission thermique à des parties métalliques reliées à l'extérieur de l'étuve.

5.2 Dispositif de mesurage de la force de réaction, capable de mesurer les forces de compression dans la gamme voulue avec une précision de $\pm 1\%$. Le dispositif peut être conçu pour contenir les éprouvettes pendant toute la durée de l'essai, dans ce cas, des mesurages en continu sont possibles. On peut également utiliser une machine d'essai dans laquelle la force de réaction est mesurée sur les éprouvettes à intervalles déterminés, en comprimant les éprouvettes dans un support approprié, en réalisant un léger accroissement de la compression de l'éprouvette. Cet accroissement doit être aussi faible que possible et en aucun cas il ne doit être supérieur à une force de 1 N pour les machines du type balance ou supérieur à 0,05 mm pour les machines du type contrainte-déformation et il doit être réalisé en un temps maximal de 30 s à compter du début de son application.

5.3 Étuve, conforme à l'ISO 3383 et équipée d'un système de régulation de température afin de maintenir la température spécifiée dans les tolérances prescrites. Une circulation satisfaisante de l'air doit être maintenue au moyen d'un ventilateur.

5.4 Appareil de mesurage de la température, avec, par exemple, un thermocouple comme élément sensible, monté dans l'une des plaques de compression en position centrale, à une distance de 2 mm au maximum de la surface en contact avec l'éprouvette.

6 Éprouvette

6.1 Type et préparation de l'éprouvette

L'éprouvette doit avoir la forme d'un disque cylindrique de $13,0 \pm 0,5$ mm de diamètre et de $6,3 \pm 0,3$ mm d'épaisseur. Il est possible d'utiliser une éprouvette de $29,0 \pm 0,5$ mm de diamètre et de $12,5 \pm 0,5$ mm d'épaisseur, mais la plus petite éprouvette est préférée.

Les éprouvettes peuvent être préparées soit par moulage, soit selon l'ISO 4661/1 par découpage dans des plaques moulées dans des produits.

La découpe est faite au moyen d'un emporte-pièce circulaire tournant tranchant, ou une lame rotative, lubrifiées avec de l'eau savonneuse et amenés soigneusement au contact du caoutchouc. Alternativement, l'emporte-pièce ou la lame peuvent être fixés et le caoutchouc peut tourner.

Le caoutchouc est monté sur un matériau convenable et la pression de découpe doit être assez faible pour éviter la déformation de la surface coupée.

6.2 Nombre d'éprouvettes

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées pour chaque essai.

6.3 Délai entre vulcanisation et essai

Le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 1826.

6.4 Conditionnement des éprouvettes

Pour de nombreux matériaux et en particulier pour les mélanges contenant des proportions importantes de charge, on peut améliorer la reproductibilité des résultats en réalisant un conditionnement mécanique de l'éprouvette, puis un conditionnement thermique. On procédera comme spécifié en 6.4.1. On peut aussi ne réaliser qu'un conditionnement thermique comme spécifié en 6.4.2.

6.4.1 Le conditionnement mécanique doit être effectué à l'une des températures normales de laboratoire définies dans l'ISO 471, de la manière suivante :

Comprimer l'éprouvette à la même déformation que celle utilisée pendant le reste de l'essai et ramener immédiatement à une déformation nulle; répéter l'opération pour avoir un total de cinq cycles de déformation et de retour immédiat.

Faire suivre ce conditionnement mécanique d'un conditionnement thermique, durant pas moins de 16 h et pas plus de 48 h, à la température normale de laboratoire, juste avant essai.

6.4.2 Le conditionnement thermique des éprouvettes qui n'ont pas été soumises à un conditionnement mécanique doit consister à maintenir les éprouvettes à l'une des températures normales de laboratoire, pendant une durée de 3 h, juste avant essai.

7 Mode opératoire

7.1 Nettoyer soigneusement les surfaces opérantes du dispositif de compression. La surface de l'éprouvette doit être exempte de lubrifiants de moulage, ou d'agent de poudrage. Si un lubrifiant est appliqué, il doit consister en une mince couche n'ayant aucune action substantielle sur le caoutchouc. Dans la plupart des cas, on peut utiliser un fluide de silicone ou de fluoro-silicone.

7.2 Mesurer l'épaisseur de chaque éprouvette dans la partie centrale, avec une précision de 0,01 mm, le conditionnement ayant été effectué à la température normale de laboratoire choisie (voir 6.4). L'épaisseur doit être déterminée selon l'ISO 4648, méthode A1.

7.3 Méthode A

7.3.1 Préchauffer le dispositif de compression à la température d'essai.

7.3.2 Préchauffer l'éprouvette à la température d'essai, conformément à l'ISO 3383. Un préchauffage de 30 min est recommandé.

7.3.3 Comprimer l'éprouvette préchauffée à 25 ± 2 % dans le dispositif de compression (5.1) à la température d'essai; utiliser une compression de 15 ± 2 % lorsqu'on ne peut obtenir une compression de 25 %. Appliquer la compression en moins de 30 s. Après avoir atteint la compression finale, la maintenir pendant toute la durée de l'essai (excepté la petite compression supplémentaire qui peut être utilisée pour le mesurage de la force de réaction, voir 5.2).

7.3.4 $30 + \frac{2}{0}$ min après la mise en compression, mesurer la force de réaction avec une précision de ± 1 %, toujours à la température d'essai.

7.3.5 Répéter le mesurage de la force de réaction à différents moments, suivant 8.1. Effectuer tous les mesurages à la température d'essai.

7.4 Méthode B

7.4.1 Comprimer l'éprouvette à 25 ± 2 %, à la température normale de laboratoire choisie (voir 6.4); on peut utiliser une compression de 15 ± 2 % lorsqu'on ne peut obtenir une compression de 25 %. Appliquer la compression en moins de 30 s. Après avoir atteint la compression finale, la maintenir pendant toute la durée de l'essai (excepté la petite compression supplémentaire qui peut être utilisée pour le mesurage de la force de réaction, voir 5.2).

7.4.2 $30 + \frac{2}{0}$ min après la mise en compression, mesurer la force de réaction avec une précision de ± 1 %, toujours à la température normale de laboratoire.

7.4.3 Introduire l'éprouvette comprimée dans l'étuve (5.3) à la température élevée spécifiée.

7.4.4 Pour le mesurage de la force de réaction, après les périodes spécifiées, retirer l'appareillage de l'étuve, le maintenir à la température normale de laboratoire choisie durant 2 h, déterminer la force de réaction et puis le remettre dans l'atmosphère d'essai pendant une période supplémentaire. Il est important que l'appareil et l'éprouvette atteignent l'équilibre thermique dans les 2 h et il peut être nécessaire de refroidir.

7.5 Contrôler la température pendant l'essai, en se servant de l'élément sensible monté sur l'une des plaques de compression, comme indiqué en 5.4.

8 Durée et température d'essai

8.1 Durée de l'essai

L'essai doit durer $168 - \frac{0}{2}$ h. Dans le cas de durées intermédiaires, choisir de préférence $24 - \frac{0}{0,5}$ h et $72 - \frac{0}{1}$ h. La période d'essai débute après la compression initiale. Si des temps plus longs sont nécessaires, les choisir selon une échelle logarithmique.

Pour la méthode B, les 2 h exigées à la suite de chaque intervalle de temps, pour atteindre la température normale de laboratoire, ne doivent pas être comprises dans la durée de l'essai.

8.2 Température d'essai

La température d'essai doit être choisie dans la liste suivante des températures préférentielles:

23 ± 2 °C*
27 ± 2 °C*
55 ± 1 °C
70 ± 1 °C
85 ± 1 °C
100 ± 1 °C
125 ± 2 °C
150 ± 2 °C
175 ± 2 °C
200 ± 2 °C
225 ± 2 °C
250 ± 2 °C

À moins qu'une température différente ne soit nécessaire pour des raisons techniques, les températures d'essai (ambiante et élevées) doivent être respectivement de 23 °C, 27 °C et 100 °C.

9 Expression des résultats

La relaxation de contrainte après compression, $R(t)$, après un temps d'essai donné, t , exprimée en pourcentage de la force de réaction initiale, est donnée par l'équation

$$R(t) = \frac{F_0 - F_t}{F_0} \times 100$$

où

F_0 est la force de réaction initiale mesurée 30 min après la compression de l'échantillon;

F_t est la force de réaction après le temps d'essai déterminé.

* Températures normales de laboratoire.

Choisis la médiane des résultats obtenus sur les éprouvettes. Les valeurs individuelles des éprouvettes doivent concorder avec la valeur de la médiane à 10 % près. Dans la négative, refaire l'essai en utilisant au moins trois autres éprouvettes et choisir et prendre la médiane des résultats obtenus sur toutes les éprouvettes.

NOTE — Pour certaines applications, il peut être utile de calculer les valeurs de la variation relative de la force de réaction, c'est-à-dire F_t/F_0 , après différentes durées d'application de la compression, plutôt qu'avec les valeurs de relaxation de contrainte. Les valeurs de la variation relative de la force de réaction peuvent être portées sur un graphique en fonction du temps. L'emploi d'une échelle logarithmique pour l'axe des temps peut faciliter l'extrapolation des résultats de l'essai.

10 Procès-verbal d'essai

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

a) Détails concernant l'échantillon :

- 1) description complète de l'échantillon et de son origine;
- 2) détails concernant le mélange, la durée et la température de vulcanisation et la date de vulcanisation, si nécessaire;
- 3) méthode de préparation des éprouvettes à partir des échantillons.

b) Méthode d'essai et détails concernant l'essai :

- 1) numéro de la présente Norme internationale;
- 2) méthode utilisée, A ou B;
- 3) température normale de laboratoire utilisée;
- 4) durée et température d'essai;
- 5) type et dimensions des éprouvettes;
- 6) nature du lubrifiant, le cas échéant;
- 7) description des principes du dispositif d'essai (y compris l'étuve);
- 8) méthode de mesurage de la force de réaction;
- 9) tous procédés non normalisés, par exemple conditionnement mécanique.

c) Résultats de l'essai :

- 1) nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;
- 2) valeur médiane des résultats de l'essai, exprimée conformément au chapitre 9.

d) Date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3384:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c23da33-fbf0-4105-8b12-87d8c63c3fb9/iso-3384-1986>