

TC 45

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 3387



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

## Caoutchoucs — Détermination des effets de la cristallisation au moyen de mesurages de dureté

*Rubbers — Determination of crystallization effects by hardness measurements*

Première édition — 1978-11-15

**STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 3387:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a18d751-a9c7-4a8b-bd9d-7ff86c67355c/iso-3387-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a18d751-a9c7-4a8b-bd9d-7ff86c67355c/iso-3387-1978>

CDU 678.4 : 678.019.22 : 539.3

Réf. n° : ISO 3387-1978 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc brut, caoutchouc vulcanisé, essai, essai de dureté, spécimen d'essai, cristallisation, vieillissement.

Prix basé sur 5 pages

# Caoutchoucs — Détermination des effets de la cristallisation au moyen de mesurages de dureté

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai, basée sur des mesurages de dureté, pour déterminer le raidissement dans le temps du caoutchouc, provoqué par la cristallisation. Elle est limitée aux matériaux ayant une dureté initiale de 10 à 85 D.I.D.C. 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, tels que, par exemple, le polychloroprène et le caoutchouc naturel.

Cette méthode ne s'applique pas aux matériaux à cristallisation rapide, qui atteignent un degré de cristallisation important dans le court délai de 15 min défini pour le conditionnement à la température d'essai.

## 2 RÉFÉRENCES

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

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes*.

ISO 1400, *Caoutchoucs vulcanisés de haute dureté (85 à 100 D.I.D.C.) — Détermination de la dureté*.

ISO 1818, *Caoutchoucs vulcanisés de basse dureté (10 à 35 D.I.D.C.) — Détermination de la dureté*.

ISO 1826, *Élastomères — Délai entre vulcanisation et essai*.

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

ISO 4661, *Caoutchouc — Préparation des éprouvettes*.

## 3 PRINCIPE

Mesurage, sur une éprouvette conservée à la température choisie,

a) soit de l'augmentation de dureté après une durée de stockage spécifiée,

b) soit de l'intervalle de temps nécessaire pour que se produise une augmentation de dureté spécifiée.

## NOTES

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

2 Les diverses méthodes de calcul des résultats peuvent donner des valeurs quelque peu différentes. Il faut éviter de comparer des valeurs obtenues par des méthodes différentes.

## 4 APPAREILLAGE

4.1 **Chambre froide**, conforme à l'ISO 3383, permettant de maintenir la température spécifiée à  $\pm 1^\circ\text{C}$  et utilisant un gaz pour le transfert de la chaleur.

Toutes les manipulations et tous les mesurages finals devant être réalisés à l'intérieur de cette enceinte, il doit être possible d'y procéder en maintenant la température de l'éprouvette dans les limites autorisées. On peut le faire avec un appareillage approprié qui permet la manipulation des matériaux 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).

4.2 **Appareil de mesurage de la dureté**, conforme à l'ISO 48 (essai normal), ou à l'ISO 1818. Les lubrifiants, au cas où ils sont utilisés, doivent être d'un type approprié, afin de ne pas provoquer de frottements dans l'appareil à la température d'essai.

4.3 **Brucelles ou pinces**, pour manipuler les éprouvettes.

4.4 **Gants**, pour manipuler l'appareillage d'essai.

4.5 **Presse chauffée**, pour la préparation des éprouvettes en caoutchouc brut et en mélanges non vulcanisés.

## 5 ÉPROUVETTES

### 5.1 Dimensions

Les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette doivent être planes, lisses et parallèles. L'éprouvette normalisée doit

celle de l'appareillage d'essai. Cette méthode ne peut être employée si la dureté initiale est supérieure à 85 D.I.D.C.

NOTE — Conformément à ce mode opératoire, l'appareil de mesurage de la dureté est normalement conditionné et manœuvré dans la chambre froide. En variante, on peut utiliser un dispositif spécial dans lequel le corps de l'appareil de mesurage se trouve placé à l'extérieur de la chambre froide et est relié, à l'aide d'une tige de faible conductivité thermique construite de façon à éviter tout frottement supplémentaire, au pénétrateur se trouvant dans la chambre froide.

#### 6.4 Augmentation de dureté causée par la cristallisation

Après des temps déterminés de séjour à la température d'essai, répéter les mesurages de dureté comme spécifié en 6.1.

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

## 7 TEMPÉRATURE ET DURÉE DE L'ESSAI

### 7.1 Température

L'essai doit être effectué à l'une des températures suivantes (voir ISO 471) :

- + 23 ± 2 °C\*
- + 27 ± 2 °C\*
- + 10 ± 1 °C
- 0 ± 1 °C
- 10 ± 1 °C
- 25 ± 1 °C
- 40 ± 1 °C
- 55 ± 1 °C
- 70 ± 1 °C

Au cas où cela ne serait pas précisé pour des raisons spéciales, l'essai doit être fait à la température la plus proche de celle où la vitesse de cristallisation est maximale, lorsque celle-ci est connue.

NOTE — On sait que les vitesses de cristallisation sont en général maximales aux températures approximatives suivantes :

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

\* Températures normales de laboratoire.

### 7.2 Durée

Les mesurages de dureté sont généralement effectués après 24<sup>0</sup><sub>-0,5</sub> h et 168<sup>0</sup><sub>-2</sub> h de stockage à la température d'essai.

Pour tracer une courbe de l'évolution de la dureté en fonction du temps, des lectures intermédiaires (48 et 96 h sont suggérées) doivent être effectuées. 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<sup>0</sup><sub>-0,5</sub> h est supérieure à 10 D.I.D.C. par rapport à la dureté initiale, l'essai doit être répété avec des délais de stockage plus courts (1, 2, 4 et 8 h sont suggérées).

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 À des fins de spécification, l'augmentation de dureté entre la lecture initiale et celle effectuée après 168<sup>0</sup><sub>-2</sub> h de stockage doit être calculée et notée au procès-verbal d'essai (voir figure, courbe A). Si cette augmentation de dureté est supérieure à 10 D.I.D.C., les valeurs relevées doivent être portées en fonction du temps (selon une échelle logarithmique) et une courbe reliant les points obtenus doit être tracée. À l'aide de cette courbe, le temps correspondant à une augmentation de dureté de 10 D.I.D.C. doit être déterminé par interpolation (voir figure, courbe B).

Le même procédé est appliqué avec une échelle de temps réduite, lorsque l'augmentation de dureté dépasse 10 D.I.D.C. après 24<sup>0</sup><sub>-0,5</sub> h.

On peut également se servir de l'augmentation de dureté après un temps déterminé, ou du temps nécessaire pour une augmentation déterminée de dureté, pour donner les résultats conformément aux exigences de certaines spécifications (voir figure, courbe C).

8.2 À des fins scientifiques, on peut indiquer le temps correspondant à la moitié de l'augmentation de dureté survenant entre les duretés initiale et finale (voir figure, courbe D), en utilisant la courbe de dureté en fonction du temps. Cela suppose que les mesurages de dureté sont prolongés dans le temps afin de parvenir au niveau final de dureté.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

#### a) Détails sur l'échantillon :

- 1) description complète de l'échantillon et son origine;
- 2) détails sur le mélange, le temps et la température de vulcanisation, si nécessaire;

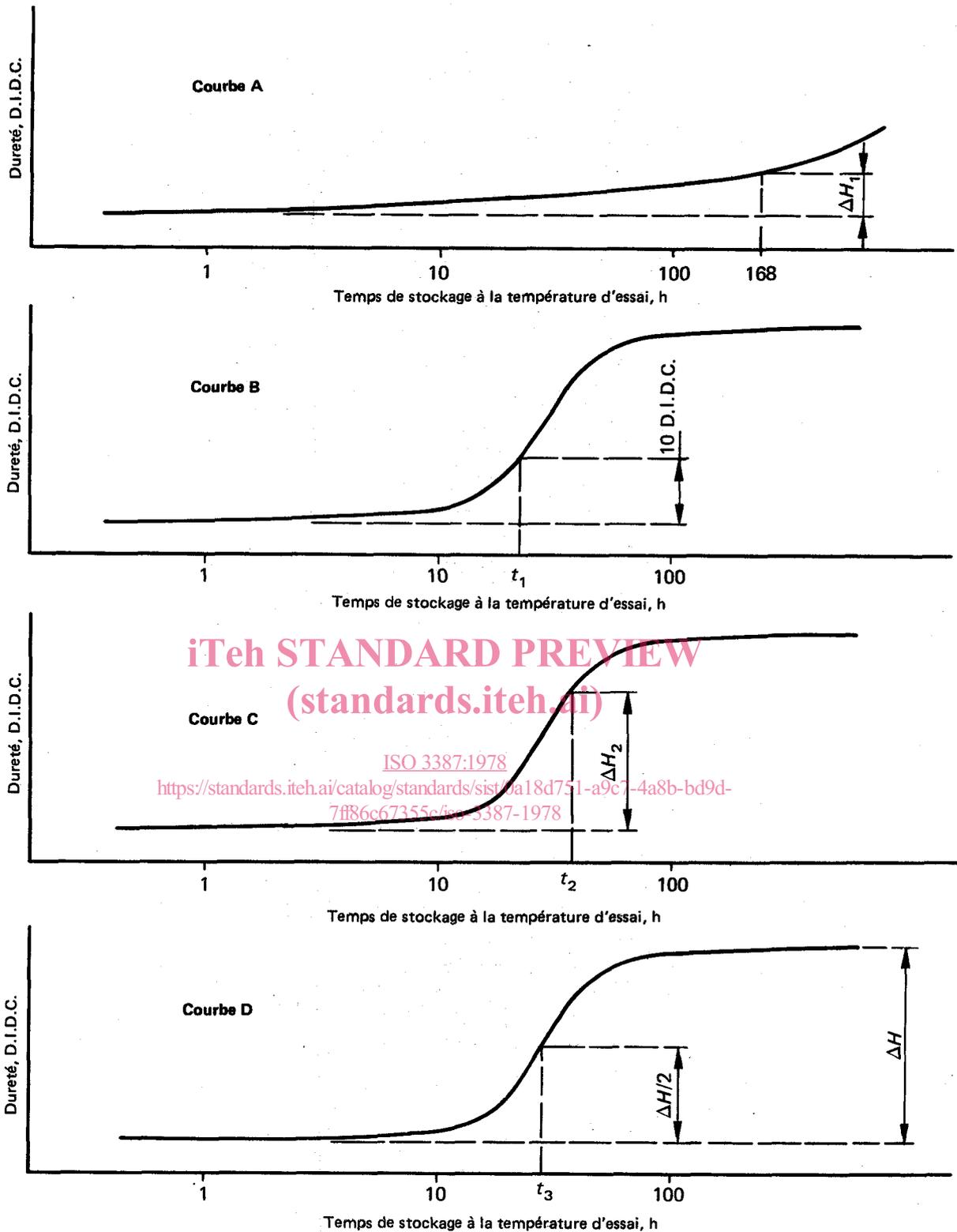


FIGURE – Différentes manières de présenter les résultats à partir de la courbe régulière obtenue en traçant les résultats des lectures de dureté en fonction du temps de stockage à la température d'essai

Courbe A : Augmentation de dureté inférieure à 10 D.I.D.C. après  $168 \frac{0}{-2}$  h. Reporter l'augmentation réelle de dureté  $\Delta H_1$  après  $168 \frac{0}{-2}$  h.

Courbe B : Détermination du moment  $t_1$  où se produit une augmentation de 10 D.I.D.C.

Courbe C : Détermination du moment  $t_2$  où se produit une augmentation spécifiée de dureté  $\Delta H_2$ , ou détermination de l'augmentation de dureté  $\Delta H_2$  après un temps spécifié  $t_2$ .

Courbe D : Détermination du moment  $t_3$  où se produit une augmentation de dureté égale à la moitié de la différence entre les duretés initiale et finale.