

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**3387**

Deuxième édition  
1994-06-01

---

---

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

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Rubber — Determination of crystallization effects by hardness  
measurements)*

ISO 3387:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7da30443-6610-49d3-a435-4ec8a33c38f8/iso-3387-1994>



Numéro de référence  
ISO 3387:1994(F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3387 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais physiques et de dégradation*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3387:1978), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit 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.

Cette méthode n'est pas applicable 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 normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 48:1994, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté (dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC)*.

ISO 471:—<sup>1)</sup>, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai*.

ISO 1826:1981, *Caoutchouc vulcanisé — Délai entre vulcanisation et essai — Spécifications*.

ISO 3383:1985, *Caoutchouc — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais*.

ISO 4661-1:1993, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 1: Essais physiques*.

## 3 Principe

Sur une éprouvette conservée à la température choisie, on mesure

- soit l'augmentation de dureté après une durée de stockage prescrite,
- soit l'intervalle de temps nécessaire pour que se produise une augmentation de dureté prescrite.

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.

Les diverses méthodes de calcul des résultats peuvent donner des valeurs quelque peu différentes. Il

1) À publier. (Révision de l'ISO 471:1983)

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 prescrite à  $\pm 1$  °C et utilisant un gaz comme milieu caloporteur.

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. 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.

**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 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 les duretés comprises entre 35 DIDC et 100 DIDC ou à 6 mm pour les duretés comprises 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 indiquées dans le tableau 1.

**Tableau 1**

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

### 5.2 Préparation — Caoutchouc vulcanisé

Les éprouvettes en caoutchouc vulcanisé doivent être préparées conformément à l'ISO 4661-1. 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.

### 5.3 Préparation — Caoutchouc brut et mélanges non vulcanisés

Les éprouvettes en caoutchouc brut et en mélanges non vulcanisés doivent être préparées en plaçant une quantité convenable de matière dans un moule préchauffé, puis en appliquant la chaleur et une pression de durée convenable (voir 4.5).

Le moule, toujours sous pression, doit être refroidi à la température normale (voir ISO 471). Après 15 min, la pression doit être supprimée et l'éprouvette retirée. 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 10 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.

## 5.4 Conditionnement

### 5.4.1 Délai entre vulcanisation et essai

Lorsque ceci est approprié, le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 1826.

### 5.4.2 Décristallisation et conditionnement

Les éprouvettes en caoutchouc vulcanisé, ou bien les éprouvettes en caoutchouc brut ou en mélanges non vulcanisés, moulées depuis plus de 8 h doivent être décristallisées avant l'essai, en les chauffant dans une étuve à 70 °C durant 45 min. Elles doivent être ensuite conditionnées à la température normale (voir ISO 471) durant 30 min au minimum et 60 min au maximum, avant l'essai.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Mesurage de la dureté

Effectuer le mesurage de la dureté conformément à l'ISO 48. 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.

On doit utiliser le même appareil de mesurage de la dureté tout au long d'un essai, l'appareil de mesurage approprié étant déterminé d'après la dureté initiale à la température d'essai. Utiliser

pour une dureté initiale comprise entre 10 DIDC et 30 DIDC, l'appareil selon la méthode L prescrite dans l'ISO 48:1994;

pour une dureté initiale comprise entre 30 DIDC et 80 DIDC, l'appareil selon la méthode N prescrite dans l'ISO 48:1994;

pour une dureté supérieure à 80 DIDC, l'appareil selon la méthode H prescrite dans l'ISO 48:1994.

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 du tableau 5 de l'ISO 48:1994, calculée à l'aide de l'équation donnée dans l'annexe A de ladite norme.

### 6.2 Dureté d'origine

Mesurer en premier lieu la dureté de l'éprouvette avec un appareillage d'essai conditionné à la température normale (voir ISO 471). Ce mesurage donne des informations supplémentaires mais n'est pas uti-

lisé dans le calcul des effets de cristallisation et peut être omis dans le cas d'échantillons en mélanges non vulcanisés ayant un degré de plasticité élevé.

### 6.3 Dureté initiale à la température d'essai

Conditionner l'appareil de mesurage de la dureté (4.2) et les brucelles ou les pinces (4.3), durant au moins 60 min, dans la chambre froide (4.1), à la température d'essai désirée.

Placer l'éprouvette dans la chambre froide à la température d'essai désirée.

Après 15 min  $\pm$  1 min, effectuer un premier relevé de dureté, en se servant des brucelles ou des pinces pour la manipulation de l'éprouvette et des gants (4.4) pour celle de l'appareillage d'essai. Cette méthode ne peut pas être employée si la dureté initiale est supérieure à 85 DIDC.

NOTE 1 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 prescrit en 6.1.

NOTE 2 Après avoir effectué les mesurages, il est conseillé de sécher tout l'appareillage en le réchauffant dans un courant d'air à environ 40 °C.

## 7 Température et durée de l'essai

### 7.1 Température

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

+ 23 °C $\pm$ 2 °C	(température normale)
+ 27 °C $\pm$ 2 °C	(température normale)
+ 10 °C $\pm$ 1 °C	
0 °C $\pm$ 1 °C	
– 10 °C $\pm$ 1 °C	

- 25 °C ± 1 °C
- 40 °C ± 1 °C
- 55 °C ± 1 °C
- 70 °C ± 1 °C

Dans le cas où ceci 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 3 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
Caoutchouc chloroprène	– 10
Caoutchouc polyuréthane	– 10
Caoutchouc naturel (1,4- <i>cis</i> -polyisoprène)	– 25
Caoutchouc diméthylsilicone	– 55
1,4- <i>cis</i> -polybutadiène	– 55

## 7.2 Durée

Les mesurages de dureté sont généralement effectués après  $(24 \pm 0,5)$  h et  $(168 \pm 2)$  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 h 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  $(24 \pm 0,5)$  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).

## 8 Expression des résultats

**8.1** À des fins de spécification, l'augmentation de dureté entre la lecture initiale et celle effectuée après  $(168 \pm 2)$  h de stockage doit être calculée et notée dans le rapport d'essai (voir figure 1, courbe A). Si cette augmentation de dureté est supérieure à 10 DIDC, 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 DIDC doit être déterminé par interpolation (voir figure 1, courbe B).

Le même procédé est appliqué avec une échelle de temps réduite, lorsque l'augmentation de dureté dépasse 10 DIDC après  $(24 \pm 0,5)$  h.

On peut également se servir de l'augmentation de dureté après un temps prescrit, ou du temps nécessaire pour avoir une augmentation prescrite de dureté, pour donner les résultats conformément aux exigences de certaines spécifications (voir figure 1, 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 1, 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 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) Détails concernant l'échantillon:

- 1) description complète de l'échantillon et son origine;
- 2) détails sur le mélange, temps et température de vulcanisation, si nécessaire;
- 3) méthode de préparation des éprouvettes à partir de l'échantillon;
- 4) épaisseur de l'éprouvette et constitution (une plaquette ou deux superposées).

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

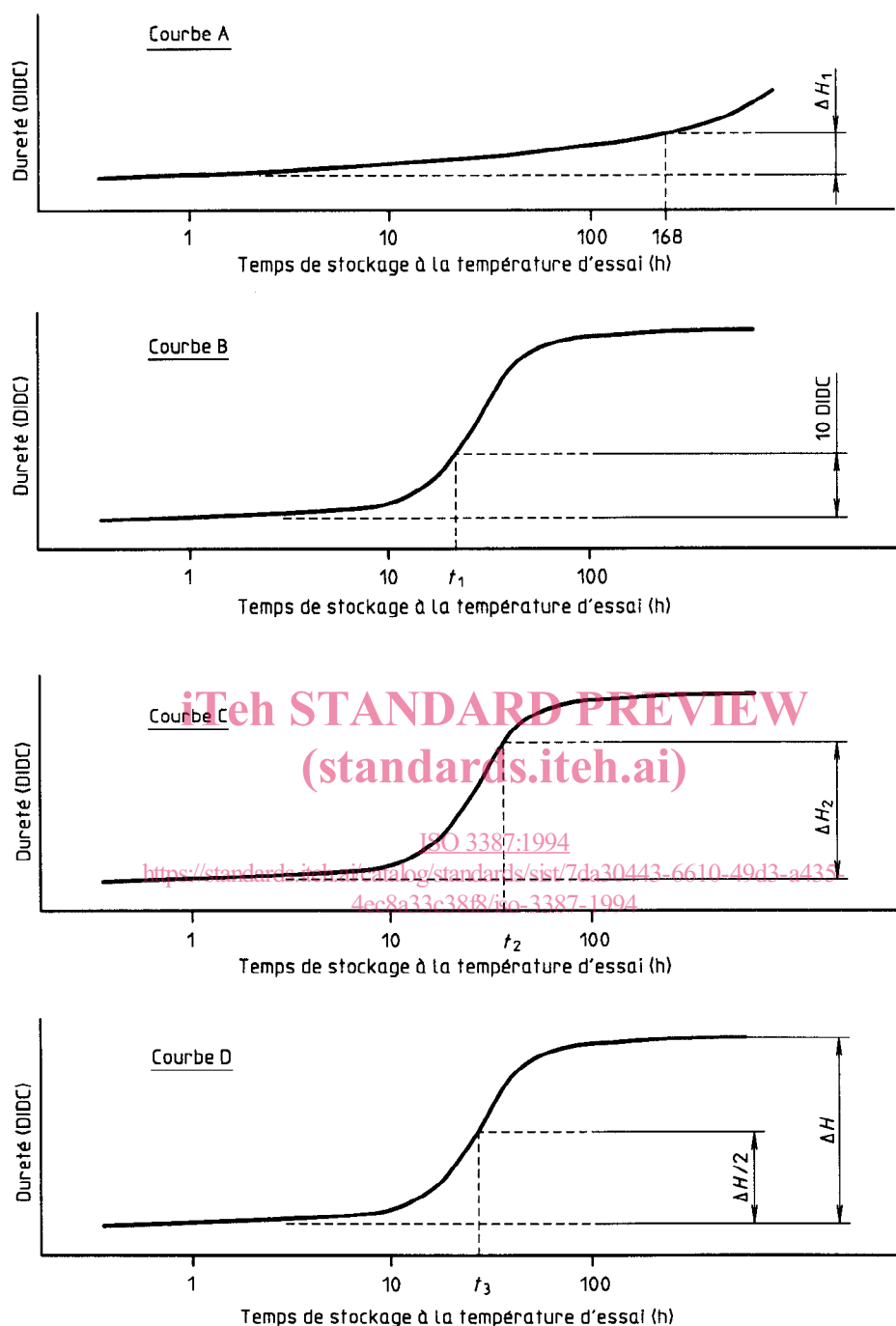
- 1) numéro de la présente Norme internationale;
- 2) méthode selon laquelle les mesurages de dureté ont été effectués;
- 3) toute indication spéciale concernant l'appareil;
- 4) température normale utilisée;
- 5) température d'essai;
- 6) temps de stockage à la température d'essai;
- 7) décristallisation et conditionnement avant l'essai, le cas échéant.

- c) Résultats de l'essai:
- 1) dureté d'origine à la température normale;
  - 2) dureté initiale à la température d'essai;
  - 3) augmentation de la dureté après (168  $\pm$  2) h de stockage à la température d'essai;
- ou
- durée, en heures, pour atteindre une augmentation de 10 DIDC par rapport à la dureté initiale à la température d'essai;
- ou
- augmentation de la dureté après un temps prescrit; ou durée, en heures, pour avoir une augmentation prescrite de dureté;
- ou
- durée, en heures, correspondant à la moitié de l'augmentation de dureté survenant entre les duretés initiale et finale;
- 4) méthode utilisée pour le calcul des résultats.
- d) Date de l'essai.

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

[ISO 3387:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7da30443-6610-49d3-a435-4ec8a33c38f8/iso-3387-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7da30443-6610-49d3-a435-4ec8a33c38f8/iso-3387-1994>



Courbe A: Augmentation de dureté inférieure à 10 DIDC après  $(168 \pm 2)$  h. Reporter l'augmentation réelle de dureté  $\Delta H_1$  après  $(168 \pm 2)$  h.

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

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

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.

**Figure 1 — 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**



Page blanche

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

ISO 3387:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7da30443-6610-49d3-a435-4ec8a33c38f8/iso-3387-1994>