

45

Norme internationale



3865

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

## Caoutchouc vulcanisé — Méthodes d'essai pour déterminer le tachage lors du contact avec les matières organiques

*Rubber, vulcanized — Methods of test for staining in contact with organic material*

Deuxième édition — 1983-12-01

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

ISO 3865:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9fe6be-3cb8-45bf-9e7e-65abb34315e6/iso-3865-1983>

CDU 678.4/.7 : 620.191.73

Réf. n° : ISO 3865-1983 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, matière organique, essai, essai à la lumière artificielle, détermination, tache.

## 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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 3865 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 3865-1977), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Suisse
Allemagne	Italie	Tchécoslovaquie
Australie	Mexique	Thaïlande
Belgique	Nouvelle-Zélande	Turquie
Brésil	Pologne	URSS
Canada	Roumanie	USA
Espagne	Royaume-Uni	Yougoslavie
France	Suède	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

# Caoutchouc vulcanisé — Méthodes d'essai pour déterminer le tachage lors du contact avec les matières organiques

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes d'évaluation du tachage, sur les apprêts organiques (appelés «matières organiques» dans la présente Norme internationale), causé par le caoutchouc vulcanisé, à savoir :

méthode A : tachage de contact et de migration;

méthode B : tachage de lavage;

méthode C : tachage de pénétration.

## 2 Références

ISO 105, *Textiles — Essais de solidité des teintures*

Section A01, *Principes généraux pour effectuer les essais.*

Section A02, *Échelle de gris pour l'évaluation des dégradations.*

Section B01, *Solidité des teintures à la lumière : Lumière du jour.*

ISO 188, *Caoutchouc vulcanisé — Essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur.*

ISO 2393, *Mélanges d'essais à base d'élastomères — Mélangeage, préparation et vulcanisation — Appareillage et mode opératoire.*

ISO 4665/3, *Caoutchouc vulcanisé — Résistance aux intempéries — Partie 3 : Méthodes d'exposition aux sources de lumière artificielle.*<sup>1)</sup>

## 3 Définitions

Quand le caoutchouc vulcanisé est en contact avec une matière organique, telle que les peintures, les matières plastiques ou les caoutchoucs, dans les conditions spécifiées de chaleur, pression et lumière, un tachage peut se produire sur la surface en contact avec le caoutchouc, sur la surface attenante au caoutchouc, ou sur la surface de la matière organique qui revêt le caoutchouc. De plus, en présence de l'eau, des composants du caoutchouc peuvent être extraits par lessivage, ce qui peut provoquer un tachage sur les surfaces avec lesquelles l'eau entre ensuite en contact.

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

**3.1 tachage de contact** : Type de tachage qui se produit sur la surface en contact direct avec le caoutchouc.

**3.2 tachage de migration** : Type de tachage qui se produit autour de la zone de contact.

**3.3 tachage de lavage** : Type de tachage résultant du contact avec de l'eau qui contient des composants du caoutchouc extraits par lessivage.

**3.4 tachage de pénétration** : Type de tachage atteignant la matière organique qui revêt le caoutchouc.

## 4 Appareillage

L'appareillage suivant est utilisé pour les méthodes spécifiées :

**4.1 Étuve à circulation d'air**, conforme aux spécifications de l'ISO 188; méthodes A et C.

**4.2 Lampe à arc au xénon**, munie d'un filtre permettant une distribution spectrale qui corresponde à celle de la lumière du soleil, conforme aux spécifications de l'ISO 4665/3; méthodes A, B et C.

**4.3 Lampe à arc à mercure**, munie d'un filtre permettant l'absorption des radiations au-dessous de 280 nm (en variante à la lampe à arc au xénon); méthodes A, B et C.

**4.4 Couple thermoélectrique, ou thermomètre à panneau noir**, permettant le mesurage de la température de surface; méthodes A, B et C.

**4.5 Appareil convenable pour le mesurage de l'intensité lumineuse** sur toute la gamme de longueurs d'onde indiquée en 8.1; méthodes A, B et C. (Recommandé, mais non obligatoire.)

**4.6 Étalons de laine bleue**, conformes aux spécifications de l'ISO 105-B01; méthodes A, B et C.

1) Actuellement au stade de projet.

**4.7 Échelle de gris**, conforme aux spécifications de l'ISO 105-A02; méthodes A, B et C.

**4.8 Spectromètre de réflectance**, fonctionnant dans la gamme de 400 à 600 nm; méthodes A, B et C.

**4.9 Bécher**, et **appareil d'égouttement**; méthode B.

**4.10 Cadre d'égouttement et de séchage**; méthode C.

## 5 Épreuves

### 5.1 Épreuves en caoutchouc

Les épreuves en caoutchouc doivent être de forme rectangulaire, d'épaisseur uniforme et découpées, de préférence, dans des feuilles d'épaisseur  $2 \pm 0,2$  mm. Les dimensions minimales doivent être de 25 mm  $\times$  12 mm pour la méthode A et 150 mm  $\times$  25 mm pour la méthode B. L'épreuve utilisée pour la méthode C doit avoir les dimensions minimales de 25 mm  $\times$  12 mm et être découpée dans des échantillons préparés conformément aux spécifications de 5.3.

Des épreuves peuvent également être découpées dans des produits finis; dans ce cas, elles peuvent subir une décontamination préalable au moyen d'une solution non alcaline de savon à 2 %.

### 5.2 Panneaux métalliques ou en plastique pour les méthodes A et B

Les dimensions des panneaux métalliques ou en plastique couverts de peinture, soumis à l'essai pour déterminer le tachage provoqué par les épreuves en caoutchouc, ne sont pas critiques, mais on doit se conformer aux exigences données dans le mode opératoire.

Les panneaux doivent être revêtus d'un vernis convenu entre les parties intéressées. Sauf spécification contraire, on peut utiliser un émail au four, blanc, à base acrylique. Ce vernis doit être séché dans l'étuve (4.1), durant 30 min, à 125 °C, et les essais doivent commencer entre 24 et 48 h après le séchage.

### 5.3 Préparation des épreuves utilisées pour la méthode C

Un revêtement en caoutchouc non décolorant, blanc ou de couleur claire, d'une composition convenue entre les parties intéressées, doit être appliqué sous pression à une feuille de caoutchouc d'essai et le composite doit être vulcanisé.

Tout mélange doit être préparé sur un malaxeur parfaitement propre, conforme, de préférence, aux spécifications de l'ISO 2393. Aplatir le caoutchouc d'essai jusqu'à une épaisseur de  $2,0 \pm 0,2$  mm, protéger des deux côtés par une matière inerte, telle que la batiste amidonnée ou une feuille en polyéthylène, avant l'essai, et découper une épreuve aux dimensions requises du moule.

Laminer le revêtement en caoutchouc pour obtenir une épaisseur de  $0,5 \pm 0,05$  mm et renforcer, sur un côté au moins, par une feuille de protection en aluminium.

Au moment de l'application, enlever une couche protectrice du caoutchouc d'essai ainsi que du revêtement et serrer fermement l'une contre l'autre les deux surfaces exposées, en s'assurant que la feuille en aluminium reste sur le côté extérieur du revêtement en caoutchouc. La pression peut être appliquée soit au moyen d'une presse à platine, soit au moyen de rouleaux.

Mouler et vulcaniser le corps composé, y compris la feuille en aluminium, dans une presse à platine, en s'assurant que le revêtement et la feuille en aluminium sont situés du côté inférieur du moule. Les conditions de vulcanisation doivent être incluses dans le procès-verbal d'essai. Laisser la surface protectrice sur le revêtement, avant l'usage.

#### NOTES

1 En variante, on peut plonger les épreuves, vulcanisées selon la méthode de 5.3, dans un vernis blanc ne tachant pas, à une profondeur de 25 mm. Accrocher les épreuves à un support adéquat et les sécher. Une fois qu'elles ont séché, les replonger dans le vernis et les sécher jusqu'à l'obtention d'une surface non gommée.

Une feuille en aluminium trempée dans le vernis peut servir de témoin. L'épaisseur de la couche de vernis doit être de  $0,1 \pm 0,02$  mm.

2 Suivant l'accord entre les parties intéressées, les épreuves peuvent être prélevées sur des produits finis ayant des surfaces revêtues ou vernies de couleur claire, tels que les flancs de pneu blancs. La méthode de fabrication et l'épaisseur de l'échantillon doivent figurer dans le procès-verbal d'essai.

### 5.4 Témoins et échantillons de référence

#### 5.4.1 Témoins

Les témoins doivent être préparés et traités de la même manière que les échantillons à essayer, sauf que le caoutchouc à essayer doit être remplacé par une matière inerte. Une matière inerte convenable serait une feuille en aluminium d'épaisseur 0,4 à 0,6 mm environ, à utiliser à la place de la plaque en caoutchouc.

#### 5.4.2 Échantillons de référence

Les échantillons de référence diffèrent des témoins dans la mesure où ils sont préparés de la même manière et suivant la même construction que les échantillons à essayer (5.1 à 5.3), mais sont protégés contre l'irradiation d'une manière appropriée, c'est-à-dire au moyen d'un revêtement convenable durant la période d'exposition à l'irradiation.

### 5.5 Conditionnement des échantillons et des épreuves

Pour tous les essais, le minimum de temps écoulé entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

Pour les essais ne concernant pas les produits, le maximum de temps écoulé entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines.

Pour les essais de produits, dans la mesure du possible, la durée de temps écoulée entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas être supérieure à 3 mois. Dans d'autres cas, les essais doivent être pratiqués dans un délai de 2 mois à partir de la date de réception du produit par le client.

## 6 Nombre d'épreuves

En général, une épreuve suffira.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Méthode A — Tachage de contact et de migration

Une éprouvette conforme aux spécifications de 5.1, méthode A, doit être utilisée.

Placer l'éprouvette entre deux panneaux métalliques ou en plastique couverts de peinture (voir 5.2). Les dimensions des panneaux doivent être telles qu'un bord d'épaisseur 20 mm au moins soit laissé découvert. Appliquer, à l'ensemble, une pression de  $7 \pm 1$  kPa, calculée suivant la surface de l'éprouvette. Si deux éprouvettes ou plus sont placées entre les mêmes panneaux, la distance entre les éprouvettes doit être de 40 mm au moins. Conserver l'ensemble chargé dans l'étuve (4.1), durant  $24 \pm \frac{0}{2}$  h, à  $70 \pm 2$  °C, en s'assurant de l'absence, dans l'étuve, de toute autre substance volatile ou dégageant des vapeurs risquant d'affecter le tachage. Après l'avoir retiré de l'étuve, laver l'un des panneaux avec de l'eau distillée contenant 2 % environ d'un détergent exempt d'alcalinité, et l'examiner pour déceler le tachage de contact ainsi que celui de migration conformément aux spécifications du chapitre 9.

Exposer le deuxième panneau à la lumière artificielle, sans l'éprouvette en caoutchouc, les conditions recommandées

d'irradiation étant données dans le chapitre 8. Laver ensuite le panneau avec de l'eau distillée contenant 2 % environ d'un détergent exempt d'alcalinité, et l'examiner pour déceler le tachage de contact ainsi que celui de migration conformément aux spécifications du chapitre 9.

Essayer un ensemble témoin en même temps et évaluer le degré de tachage par rapport au témoin. N'exposer aucun panneau plus d'une fois.

#### 7.1.1 Méthode A1

Si l'on n'exige que l'action de la chaleur, la partie du mode opératoire concernant l'irradiation peut être omise.

#### 7.1.2 Méthode A2

Si l'on n'exige que l'action de la lumière, la partie du mode opératoire concernant l'exposition à la chaleur peut être omise. Dans ce cas, fixer l'éprouvette à l'un des panneaux au moyen d'une pince métallique, compte tenu des exigences relatives aux dimensions des panneaux données en 7.1, et soumettre cet ensemble à l'irradiation. Examiner ensuite la section du panneau autour du bord de l'éprouvette pour déceler le tachage de migration.

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

Dimensions en millimètres

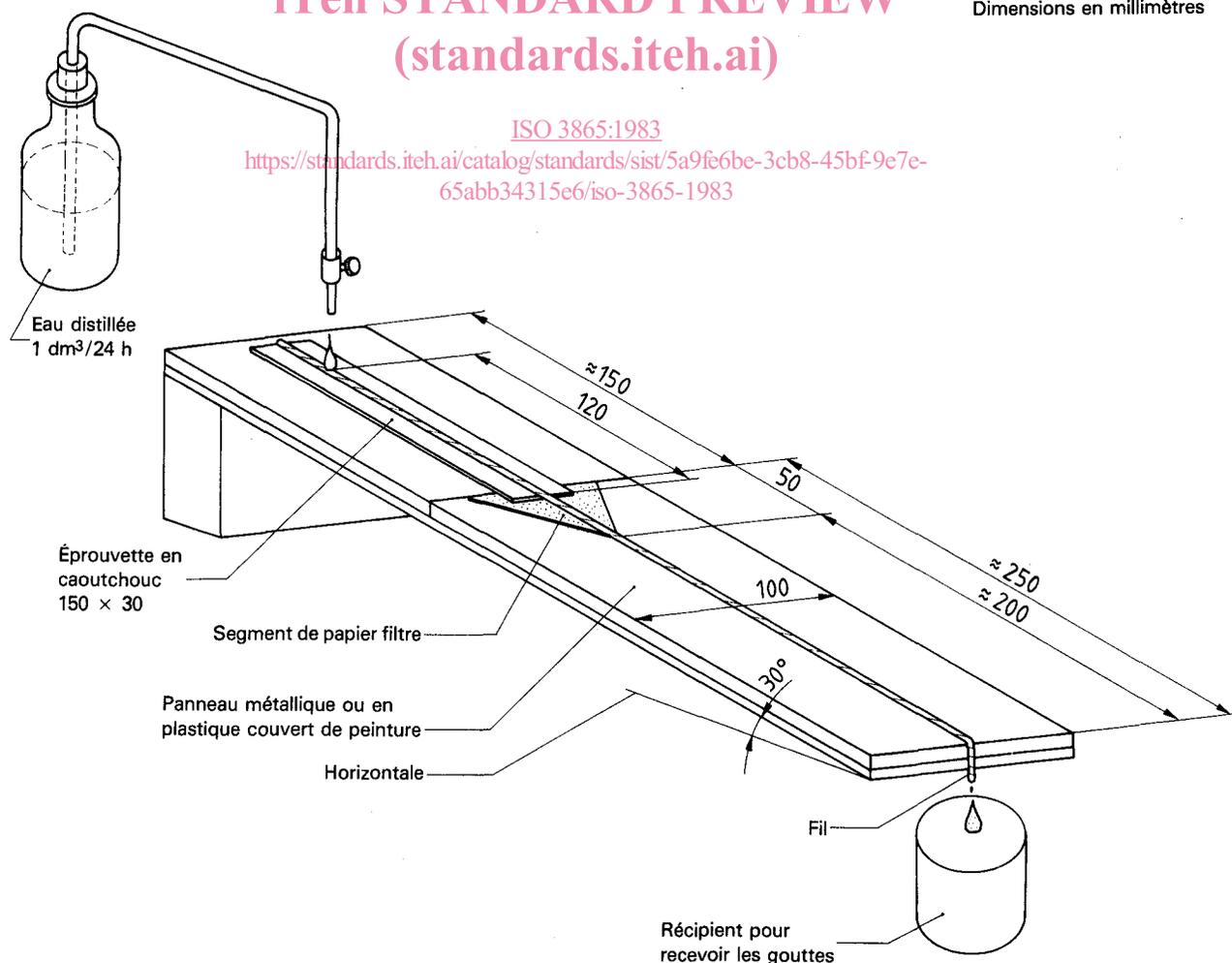


Figure — Appareil de stillation

## 7.2 Méthode B — Tachage de lavage

Une éprouvette conforme aux spécifications de 5.1, méthode B, doit être utilisée.

Verser de l'eau distillée, goutte à goutte, sur l'éprouvette à raison de 1 dm<sup>3</sup>/24 h (voir la figure). L'eau passe à travers l'éprouvette et ensuite à travers un fil de coton placé sur le panneau métallique ou en plastique couvert de peinture. Continuer de faire dégoutter de l'eau durant 24 h.

Après ce traitement, laver le panneau avec de l'eau distillée contenant 2 % environ d'un détergent exempt d'alcalinité, et l'examiner pour déceler le tachage conformément aux spécifications du chapitre 9.

Si on l'exige, le panneau peut ensuite être exposé à la lumière artificielle, les conditions recommandées d'irradiation étant données dans le chapitre 8. Laver ensuite le panneau avec de l'eau distillée contenant 2 % environ d'un détergent exempt d'alcalinité, et l'examiner pour déceler le tachage conformément aux spécifications du chapitre 9.

Essayer un ensemble témoin en même temps et évaluer le degré de tachage par rapport au témoin.

## 7.3 Méthode C — Tachage de pénétration

Une éprouvette conforme aux spécifications de 5.3 doit être utilisée.

Exposer la surface enduite de l'éprouvette à la lumière artificielle, les conditions recommandées d'irradiation étant données dans le chapitre 8. Laver ensuite l'éprouvette avec de l'eau distillée contenant 2 % environ d'un détergent exempt d'alcalinité, et l'examiner pour déceler le tachage conformément aux spécifications du chapitre 9.

Essayer un ensemble témoin en même temps et évaluer le degré de tachage par rapport au témoin.

## 8 Conditions recommandées d'irradiation

### 8.1 Intensité

La source lumineuse préférentielle consiste en la lampe à arc au xénon (4.2) qui fournit une irradiance (opacité du flux radiante) sur la surface de l'éprouvette, de  $1\,000 \pm 200$  W/m<sup>2</sup> dans la gamme de longueurs d'onde de 300 à 830 nm. Cette irradiance est convenablement atteinte au moyen de lampes de puissance nominale 1 500 W. Des lampes de puissance supérieure (par exemple 6 000 W) peuvent être utilisées, mais elles fourniront une irradiance supérieure.

Une autre source lumineuse consiste en la lampe à arc à mercure (4.3) qui fournit une irradiance, sur la surface de l'éprouvette, de 15 à 45 W/m<sup>2</sup> dans la gamme de longueurs d'onde de 280 à 400 nm. Cette irradiance est convenablement atteinte au moyen de lampes de puissance nominale 500 W.

NOTE — L'exposition à la lampe à arc à mercure ne devrait pas être interprétée comme équivalente à l'exposition à la lampe à arc au xénon.

### 8.2 Durée d'irradiation

Sauf spécification contraire, la durée préférentielle d'irradiation doit être la suivante :

lampe à arc au xénon (1 500 W)	24,	48,	150 h
lampe à arc au mercure	2,	4,	8 h

En variante, dans le cas d'une lampe à arc au xénon seulement, des éprouvettes peuvent être soumises à l'irradiation en même temps que les étalons de laine bleue (4.6) jusqu'à ce que l'un des étalons 3, 4 ou 6, choisi d'avance, présente un contraste entre les zones exposées et les zones non exposées égal à la qualité 4 de l'échelle de gris (4.7).

### 8.3 Température de surface

La température de surface, dans le plan de l'éprouvette, doit être de  $55 \pm 3$  °C, mesurée au moyen du thermomètre à panneau noir (4.4).

### 8.4 Distribution locale des éprouvettes

Quand plusieurs éprouvettes sont exposées à l'irradiation en même temps, on doit s'assurer que toutes les éprouvettes sont soumises à une irradiation égale. L'intensité d'irradiation ne doit pas varier de plus de 10 % de la moyenne en tout point sur la surface irradiée.

Cette condition est atteinte au mieux en laissant les éprouvettes tourner autour de la lampe.

Si l'on utilise une lampe à arc à mercure, les éprouvettes ne doivent pas être placées centralement au-dessous de la lampe, mais doivent être disposées dans une zone annulaire de diamètres 90 et 300 mm, sur une plaque tournante qui tourne à 3 tr/min environ.

## 9 Évaluation du degré de tachage

Établir l'importance du tachage conformément à l'une des méthodes suivantes et au tableau.

### 9.1 Évaluation qualitative

Effectuer une évaluation visuelle du degré de tachage par rapport à un témoin ou à un échantillon de référence (5.4).

### 9.2 Évaluation au moyen d'une échelle de gris

Procéder à une évaluation visuelle des changements de coloration d'après les principes établis dans l'ISO 105-A01 en comparant aux degrés de l'échelle de gris, comme spécifié dans l'ISO 105-A02, les contrastes existant, entre l'éprouvette exposée et l'éprouvette de référence. La valeur du changement de coloration est le degré de l'échelle de gris qui présente un contraste équivalent à celui qui existe entre l'éprouvette exposée et l'éprouvette de référence.

### 9.3 Évaluation au moyen d'un spectromètre de réflectance

Si une mesure quantitative (autre que celle obtenue par l'utilisation de l'échelle de gris) du changement de coloration est exigée, des mesurages de réflectance doivent être effectués au moyen du spectromètre de réflectance (4.8) fonctionnant dans la gamme de 400 à 600 nm. Des mesurages doivent être effectués par rapport à un témoin ou à un échantillon de référence, à trois longueurs d'onde au moins (par exemple 445, 555 et 600 nm). Dans chaque cas, le spectromètre de réflectance doit être étalonné en utilisant du sulfate de baryum ( $\text{BaSO}_4$ ).

$R$  et  $R_0$  étant respectivement les mesures de réflectance du panneau d'essai et du panneau témoin ou de référence, le degré de changement de coloration est  $R - R_0$ .

Par conséquent, des valeurs négatives indiquent le renforcement et des valeurs positives l'affaiblissement de la couleur.

Tableau – Graduation du tachage

Évaluation suivant		
9.1 (qualitative)	9.2 (échelle de gris)	9.3 [différence de réflectance ( $R - R_0$ )]
Absence de tachage	5 à 4	0 à 4
Tachage léger	3 à 2	> 4 à 10
Tachage moyen	1	> 10 à 25
Tachage important	< 1	> 25

### 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 son origine;
  - 2) détails concernant le mélange, le temps et la température de vulcanisation, si nécessaire;
  - 3) dimensions, spécifications et mode de préparation des éprouvettes, de la matière organique, du revêtement en caoutchouc et du vernis si nécessaire.
- b) Méthode d'essai :
  - 1) référence de la présente Norme internationale;
  - 2) méthode adoptée [A (A1 ou A2), B ou C];
  - 3) détails concernant la source d'irradiation et distance de celle-ci à l'éprouvette;
  - 4) méthode d'évaluation du degré de tachage.
- c) Détails concernant l'essai :
  - 1) durée et température de conservation;
  - 2) durée et température d'irradiation;
  - 3) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié.
- d) Résultats d'essai :
  - 1) résultats individuels obtenus suivant le chapitre 9, pouvant être exprimés sous l'une des formes suivantes : description qualitative du tachage (9.1); l'échelle de gris (9.2); variation de réflectance (9.3);
  - 2) présence du tachage de migration dans le cas des méthodes A, A1 et A2.
- e) Date de l'essai.

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

ISO 3865:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5a9fe6be-3cb8-45bf-9e7e-65abb34315e6/iso-3865-1983>