
**Caoutchouc vulcanisé — Détermination
des caractéristiques à basse
température — Méthode température-
retrait (essai TR)**

*Rubber, vulcanized — Determination of low-temperature
characteristics — Temperature-retraction procedure (TR test)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2921:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997>



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 2921 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2921:1982), dont elle constitue une révision technique, en particulier en ce qui concerne la description de ce qui constitue un fluide réfrigérant approprié (voir 4.2).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2921:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Caoutchouc vulcanisé — Détermination des caractéristiques à basse température — Méthode température-retrait (essai TR)

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination des caractéristiques de retrait à la température des caoutchoucs vulcanisés étirés.

NOTE — Le domaine d'application de la présente Norme internationale n'a pas été élargi pour inclure le caoutchouc thermoplastique car beaucoup d'élastomères thermoplastiques ont une limite élastique dans la gamme de 5 % à 20 % d'allongement. Ce fait peut avoir une répercussion sur le résultat lorsqu'on effectue des essais TR et il convient d'analyser les résultats d'essai avec circonspection.

2 Références normatives

[ISO 2921:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997>

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour le 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 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai.*

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

Une éprouvette est étirée à température ambiante et refroidie ensuite à une température suffisamment basse pour qu'un retrait ne se produise pas lors de la suppression de la force d'étirement. La force d'étirement est supprimée et la température est augmentée à un taux uniforme. Les températures auxquelles des pourcentages de retrait prescrits se produisent sont calculées.

NOTE — D'autres types d'éprouvettes, découpées dans des produits, sont décrits en plus des deux formats d'éprouvette normalisée; ceux-ci ne donnent pas nécessairement les mêmes valeurs de retrait à la température, et il faut éviter de comparer les valeurs obtenues avec les différents types d'éprouvettes.

4 Appareillage

4.1 Récipient pour fluide réfrigérant, calorifugé et équipé d'un agitateur, d'un thermomètre et d'un dispositif de chauffage du fluide réfrigérant conformément à l'ISO 3383.

4.2 Fluide réfrigérant, non susceptible d'affecter le caoutchouc à essayer, conforme à l'ISO 3383.

Les gaz peuvent être employés comme fluides réfrigérants à condition que l'appareil soit conçu de façon que les essais les utilisant reproduisent ceux obtenus avec des liquides.

NOTE — Les fluides suivants peuvent être utilisés:

- a) pour des températures allant jusqu'à -60 °C, huiles de silicone d'une viscosité cinématique de $5 \text{ mm}^2/\text{s}$ à température ambiante, en raison de leur inertie chimique vis-à-vis des caoutchoucs, de leur ininflammabilité et de leur non-toxicité;
- b) pour des températures allant jusqu'à -70 °C, méthanol ou éthanol;
- c) pour des températures allant jusqu'à -120 °C, méthylcyclohexane refroidi par de l'azote liquide (s'est avéré satisfaisant utilisé avec un appareillage approprié).

4.3 Chevalet avec supports d'éprouvettes, comprenant un dispositif de mise en place, des mors fixe et mobile pour une ou plusieurs éprouvettes et un système de blocage pour les mors supérieurs (mobiles) (voir figure 2).

Le chevalet doit être conçu de façon à maintenir une légère tension sur l'éprouvette (10 kPa à 20 kPa) et à lui permettre un allongement pouvant aller jusqu'à un maximum de 350 %. Les mors supérieurs doivent pouvoir être bloqués pour un allongement choisi, puis libérés. Un dispositif doit être prévu de façon à permettre la lecture de la longueur de l'éprouvette à n'importe quel moment de l'essai, à ± 1 mm près.

Une alternative possible est l'emploi d'une série d'échelles graduées amovibles permettant de lire directement, à ± 1 %, le pourcentage de retrait en fonction de l'allongement du caoutchouc gelé.

Les parties mobiles de l'appareillage doivent être construites de manière à avoir le moins de frottement possible.

5 Éprouvettes

5.1 Préparation

En général, les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 4661-1.

5.2 Types

5.2.1 Éprouvette normalisée

L'éprouvette normalisée doit être une bande comportant des extrémités plus larges pour pouvoir être fixées, les dimensions devant être conformes à celles de la figure 1. L'éprouvette de longueur de référence 100 mm doit être utilisée de préférence pour les essais avec faibles allongements, et celle de 50 mm pour les essais avec des allongements plus importants. Les éprouvettes doivent être découpées dans une feuille plate d'épaisseur 2,0 mm \pm 0,2 mm, à l'aide d'un emporte-pièce tranchant. Les feuilles peuvent être préparées par moulage ou par découpage et meulage dans des produits finis.

5.2.2 Éprouvettes prélevées dans un produit

D'autres types d'éprouvettes prélevées dans des produits finis en caoutchouc peuvent être utilisés (par exemple joint torique avec un diamètre de section compris entre 1,5 mm et 4 mm).

5.3 Nombre

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées pour chaque essai.

5.4 Conditionnement

Sauf prescriptions contraires dues à des raisons techniques, les conditions suivantes doivent être observées:

5.4.1 Le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 471.

5.4.2 Pendant le délai entre la vulcanisation et l'essai, les échantillons et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière aussi complètement que possible.

5.4.3 Les éprouvettes doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai à une des températures normales de laboratoire prescrites dans l'ISO 471.

Si l'on entrepose aux basses températures des échantillons susceptibles de se cristalliser avant l'essai, la cristallisation peut affecter largement les valeurs TR mesurées. Si l'on désire obtenir des valeurs dans des conditions de non-cristallisation pour le matériau, on doit décristalliser les éprouvettes avant l'essai en les chauffant durant 30 min dans une étuve à $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Elles doivent ensuite être conditionnées durant 30 min au moins à la température normale de laboratoire, mais pas au-delà de 60 min.

6 Mode opératoire

Le bain doit contenir suffisamment de fluide réfrigérant (4.2) pour que l'éprouvette soit recouverte pendant l'essai par 25 mm au moins de fluide. Refroidir le fluide réfrigérant, en l'agitant, jusqu'à une température inférieure à $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ comme prescrit dans l'ISO 3383.

Tandis que le fluide se refroidit, insérer les éprouvettes dans le chevalet (4.3) et, à la température normale de laboratoire, étirer la longueur de référence jusqu'à l'obtention de l'allongement choisi, puis la bloquer dans cette position. S'assurer que l'éprouvette est maintenue étirée à la température normale de laboratoire durant un minimum de temps.

L'allongement doit être choisi en fonction des critères suivants:

- a) si des raisons techniques n'en imposent pas autrement, on doit adopter un allongement de 50 % afin de réduire l'effet de cristallisation;
- b) pour étudier l'effet combiné de la cristallisation et de la basse température, adopter l'un des allongements suivants:
 - 1) 250 %,
 - 2) moitié de l'allongement à la rupture, s'il n'est pas possible d'obtenir 250 %,
 - 3) 350 %, si l'allongement à la rupture est supérieur à 600 %.

Lorsque le fluide réfrigérant a atteint une température d'équilibre comprise entre $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, plonger dans le bain le chevalet avec les éprouvettes. Après (10^{+2}) min dans le bain maintenu entre $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, débloquent les mors supérieurs de façon à permettre aux éprouvettes de se rétracter librement. Augmenter en même temps la température du fluide au régime de $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, les tolérances étant telles que la montée en température durant 10 min soit de $10\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Si l'éprouvette étirée se rétracte jusqu'à sa longueur initiale à $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, utiliser, si nécessaire, un autre fluide réfrigérant et refroidir à une température plus basse.

Effectuer la première lecture à -70 °C et continuer à lire la température réelle et la longueur rétractée ou le pourcentage de retrait toutes les 2 min jusqu'à ce qu'il atteigne 75 %.

NOTE 1 Pour étudier les effets de la cristallisation ou l'effet d'une exposition prolongée aux basses températures, les éprouvettes peuvent être maintenues étirées plus longtemps avant retrait à une ou plusieurs températures choisies en fonction du but de l'essai et du matériau examiné.

NOTE 2 Des allongements différents ne donneront pas nécessairement les mêmes résultats.

7 Expression des résultats

Le pourcentage de retrait r peut être lu sur les échelles graduées ou calculé à l'aide de l'équation.

$$r = \frac{l_s - l_r}{l_s - l_o} \times 100$$

où

l_s est la longueur étirée en position verrouillée;

l_r est la longueur rétractée à la température correspondante;

l_o est la longueur de référence.

Porter sur un graphique la valeur r en fonction de la température réelle.

Lire, sur le graphique, les températures correspondant aux retraits de 10 %, 30 %, 50 % et 70 %. Ces températures sont désignées par TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70.

Calculer la valeur moyenne de trois déterminations de la température pour TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70.

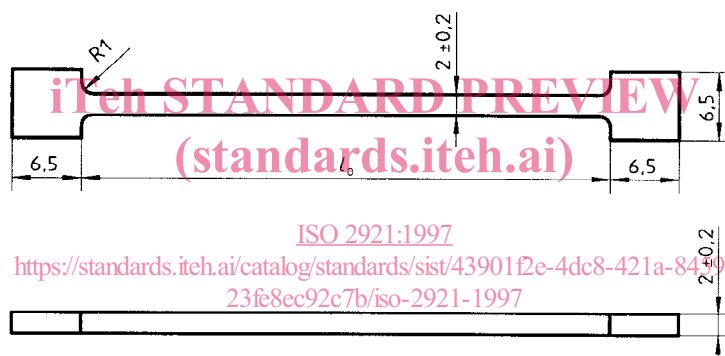
8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- description complète de l'échantillon et de tous les faits se rapportant à sa période de pré-essai;
- méthode de préparation des éprouvettes, par exemple moulées ou découpées;
- conditions de vulcanisation utilisées pour les éprouvettes, si elles sont connues;
- durée et température de conditionnement des éprouvettes avant l'essai;
- référence complète à la méthode d'essai utilisée, par exemple référence de la présente Norme internationale;
- type et dimensions des éprouvettes;
- nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;
- allongement au gel;
- fluide réfrigérant utilisé;
- durée et température de conditionnement à basse température;

- k) toutes procédures non normalisées adoptées;
- l) valeurs moyennes calculées de TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70, ainsi que l'unité dans laquelle les résultats sont exprimés;
- m) date de l'essai.

Dimensions en millimètres

**Figure 1 — Éprouvette**

[Longueur de référence, de préférence $l_0 = 100 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ pour de faibles allongements et $50 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ pour de grands allongements (voir 5.2.1)]

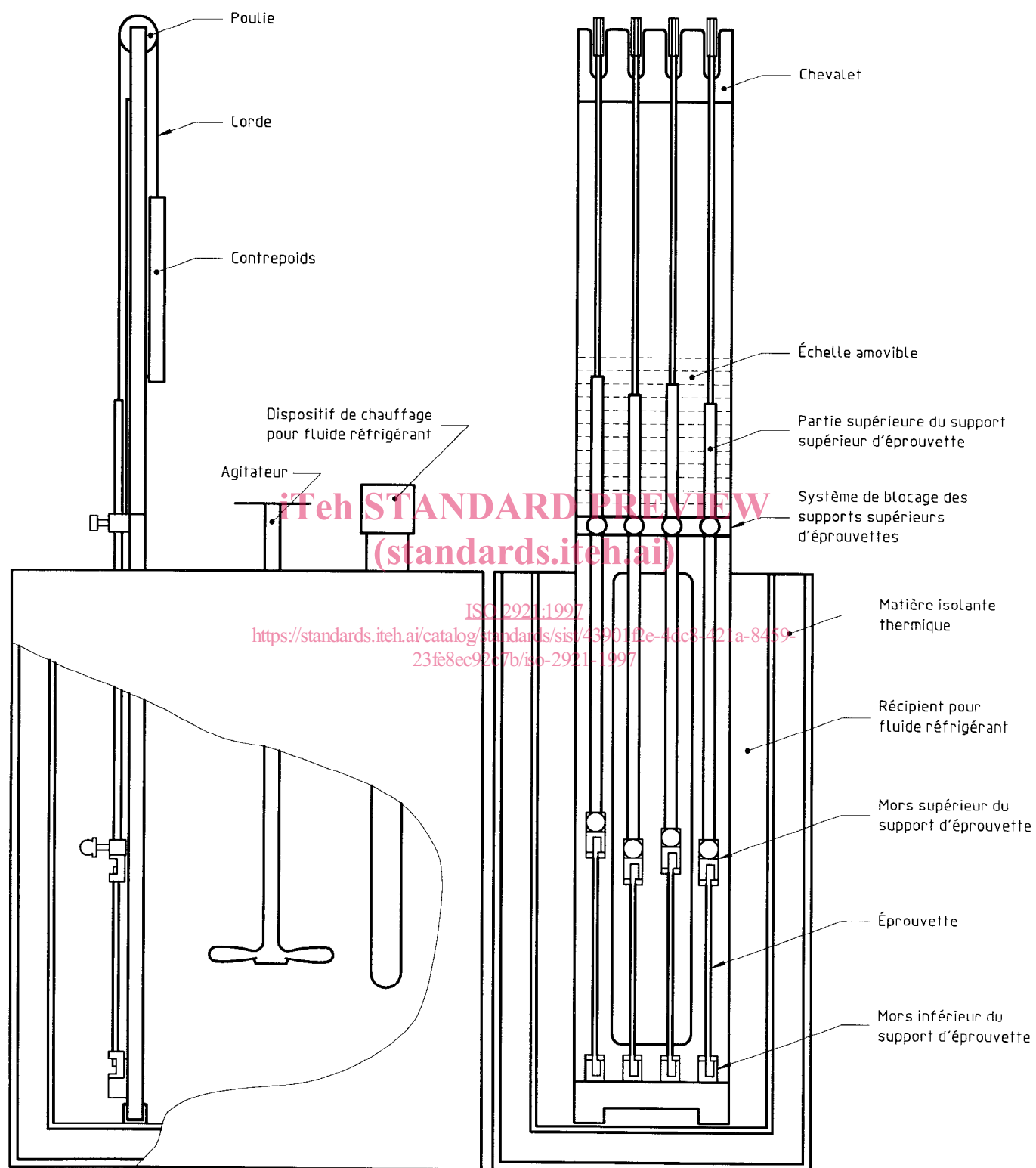


Figure 2 — Appareil de retrait

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2921:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43901f2e-4dc8-421a-8459-23fe8ec92c7b/iso-2921-1997>