
**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Détermination de la
fragilité à basse température**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of low-
temperature brittleness*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 812:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf25b51-42f8-4d52-b1ae-4adb35590be0/iso-812-2006>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 812:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf25b51-42f8-4d52-b1ae-4adb35590be0/iso-812-2006>

© ISO 2006

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Appareillage et matériaux	2
5 Éprouvettes	4
6 Délai entre fabrication et essai	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Mode opératoire A (détermination de la température de fragilité)	4
7.2 Mode opératoire B (détermination de la température de fragilité à 50 %)	5
7.3 Mode opératoire C (essai à température spécifiée)	6
8 Fidélité	6
8.1 Généralités	6
8.2 Programme d'essais interlaboratoires	6
8.3 Résultats de fidélité	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Étalonnage de la vitesse d'un appareillage d'essai de choc à basse température à commande par solénoïde	9

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfe25b51-42f8-4d52-b1ae-4adb35590be0/iso-812-2006>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 812 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 812:1991), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfe25b51-42f8-4d52-b1ae-4adb35590be0/iso-812-2006>

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la fragilité à basse température

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale soient familiers des pratiques courantes de 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 d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de leur conformité à toutes les restrictions réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la température minimale à laquelle les matériaux en caoutchouc ne présentent aucun signe de fragilité ou de la température à laquelle la moitié des éprouvettes utilisées lors d'un essai sont endommagées, lorsque ces matériaux sont soumis à un choc dans des conditions spécifiées.

Les températures ainsi déterminées ne correspondent pas forcément aux températures minimales auxquelles le matériau peut être utilisé, puisque la fragilité varie en fonction des conditions d'essai et, en particulier, en fonction de la vitesse de percussion. Il convient donc d'utiliser les données obtenues avec cette méthode exclusivement pour prévoir le comportement des caoutchoucs utilisés dans des conditions de déformation similaires à celles de l'essai.

ISO 812:2006

Trois modes opératoires sont décrits. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfe25b51-42f8-4d52-b1ae-4adb35590be0/iso-812-2006>

- mode opératoire A, dans lequel la température de fragilité est déterminée;
- mode opératoire B, dans lequel la température de fragilité est déterminée par 50 % de détérioration;
- mode opératoire C, dans lequel l'éprouvette est soumise à un choc à une température spécifiée.

Le mode opératoire C est utilisé pour la classification des matériaux en caoutchouc et à des fins de spécification.

NOTE Un essai similaire pour les supports textiles recouverts de caoutchouc est décrit dans l'ISO 4646, *Supports textiles revêtus de caoutchouc ou de plastique — Essai de choc à basse température*.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 température de fragilité
température minimale à laquelle aucun jeu d'éprouvettes ne se détériore, résultant de la fragilité à basse température d'un nombre approprié d'éprouvettes soumises à essai dans des conditions spécifiées

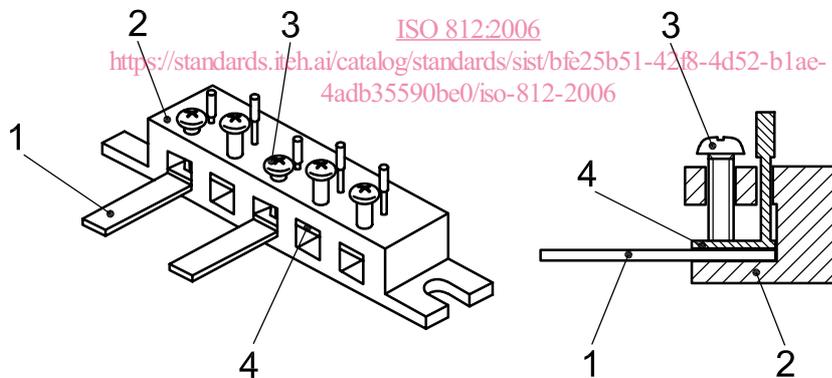
3.2 température de fragilité à 50 %
température à laquelle 50 % d'un jeu d'éprouvettes subit une détérioration, résultant de la fragilité à basse température, lorsque ce jeu est soumis à essai dans des conditions spécifiées

3.3 vitesse d'essai
vitesse linéaire relative entre le corps de frappe de l'appareillage d'essai et une éprouvette maintenue dans une mâchoire au moment du choc

4 Appareillage et matériaux

4.1 Mâchoire de serrage de l'éprouvette et corps de frappe, conformes aux exigences de 4.1.1 à 4.1.3.

4.1.1 La mâchoire de serrage doit permettre de maintenir l'éprouvette comme une poutre console. Chaque éprouvette individuelle doit être maintenue fermement dans cette mâchoire de serrage sans qu'aucune déformation soit provoquée. Un exemple de mâchoire appropriée est représenté à la Figure 1.



Légende

- 1 éprouvette
- 2 mâchoire
- 3 vis de maintien
- 4 support de l'éprouvette

Figure 1 — Exemple de mâchoire de serrage de l'éprouvette

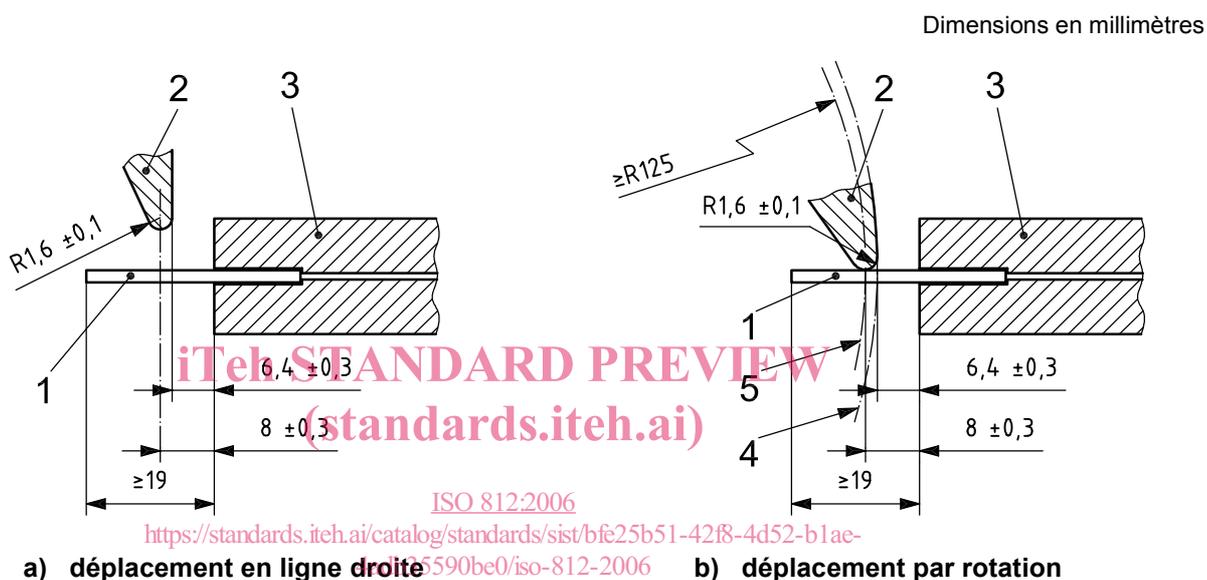
4.1.2 Le corps de frappe doit se déplacer suivant une trajectoire normale à la face supérieure de l'éprouvette à une vitesse d'essai linéaire de $2,0 \text{ m/s} \pm 0,2 \text{ m/s}$ au moment du choc. Cette vitesse doit être maintenue sur un trajet d'au moins 6 mm après le choc.

Afin d'obtenir une vitesse dans les limites spécifiées pendant et après le choc, il faut veiller à ce que l'énergie de percussion soit suffisante. Il s'est avéré qu'une énergie de percussion d'au moins 3,0 J par éprouvette est nécessaire. Il peut donc être nécessaire de limiter le nombre d'éprouvettes percutées simultanément.

4.1.3 Les principales dimensions de l'appareillage [voir Figures 2a) et 2b)] doivent être les suivantes:

- le corps de frappe doit avoir un rayon de $1,6 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$;
- la distance entre le corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette, au moment du choc, doit être de $6,4 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$;
- la distance entre le point d'impact du corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette doit être de $8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$.

NOTE Il existe des appareillages commerciaux satisfaisant aux spécifications de la présente Norme internationale pour lesquels le corps de frappe est commandé par un moteur, le déplacement en ligne droite est actionné par un solénoïde, par la gravité ou par un ressort. Une méthode d'étalonnage de la vitesse d'un appareil à commande par solénoïde est donnée dans l'Annexe A.



Légende

- éprouvette
- corps de frappe
- mâchoire
- trajectoire de l'extrémité du corps de frappe
- trajectoire du point d'impact

Figure 2 — Mâchoire de serrage de l'éprouvette et corps de frappe

4.2 Indicateur de température, comprenant un thermocouple, un thermomètre ou tout autre dispositif thermosensible capable de couvrir la gamme d'essai avec une exactitude de $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

L'indicateur de température doit être placé aussi près que possible des éprouvettes.

4.3 Bain et chambre d'essai, récipient pouvant contenir le milieu caloporteur (4.4) et le maintenir à une température d'essai à $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ près.

4.4 Milieu caloporteur, liquide ou gazeux, restant fluide à la température d'essai et ne réagissant pas de façon appréciable avec le matériau soumis à essai.

NOTE L'utilisation des fluides suivants s'est avérée satisfaisante:

- pour des températures allant jusqu'à $-60 \text{ }^\circ\text{C}$, les 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 , l'éthanol;
- c) pour des températures allant jusqu'à -120 °C , le méthylcyclohexane refroidi à l'azote liquide (s'est avéré satisfaisant utilisé avec un appareillage approprié).

5 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent être soit de

- type A: une bande d'une longueur de 26 mm à 40 mm, d'une largeur de $6\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ et d'une épaisseur de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$, soit de
- type B: une éprouvette d'une épaisseur de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ et de forme et de dimensions indiquées à la Figure 3.

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 23529. Elle doivent être normalement découpées à partir de feuilles en utilisant un emporte-pièce approprié. Les éprouvettes de type A peuvent également être préparées en utilisant des cutters à double lames parallèles bien tranchantes, d'un seul coup de lame. La bande ainsi formée est alors coupée à la bonne longueur.

Dimensions en millimètres



Figure 3 — Éprouvette de type B

6 Délai entre fabrication et essai

Sauf spécification contraire, l'intervalle de temps entre la mise en forme du matériau et l'essai doit être conforme à l'ISO 23529.

7 Mode opératoire

7.1 Mode opératoire A (détermination de la température de fragilité)

7.1.1 Porter le bain liquide ou l'enceinte d'essai à une température inférieure à la température de non-détérioration estimée. Dans le cas d'un milieu d'essai liquide, placer une quantité suffisante de liquide dans le réservoir pour que la ou les éprouvettes soient recouvertes d'environ 25 mm de liquide. Refroidir la mâchoire de serrage en la plongeant dans le bain ou dans l'enceinte d'essai refroidis.

7.1.2 Monter rapidement la ou les éprouvette(s) dans la mâchoire de serrage et la ou les immerger durant 5 min à la température d'essai en milieu liquide ou durant 10 min en milieu gazeux (voir l'ISO 23529).

NOTE 1 Pour les matériaux très souples, il peut être nécessaire d'installer un dispositif pour maintenir l'éprouvette horizontale juste avant la percussion.

La longueur libre de l'éprouvette doit être supérieure à 19 mm.

Utiliser cinq éprouvettes de type A ou de type B. Si l'énergie de percussion disponible a la valeur minimale spécifiée en 4.1.2, les éprouvettes peuvent être toutes soumises à essai en même temps.

Il est essentiel de bien serrer la mâchoire. Il faut serrer la mâchoire de sorte que chaque éprouvette soit maintenue avec approximativement la même pression.

NOTE 2 Il a été remarqué que la pression de serrage peut affecter la température de détérioration de l'éprouvette. Il est conseillé de serrer à une pression de 0,15 N à 0,25 N.

7.1.3 Après immersion durant le temps spécifié à la température d'essai, noter la température et soumettre la ou les éprouvette(s) à une percussion unique.

7.1.4 Retirer les éprouvettes de la mâchoire de serrage et les amener à la température de laboratoire normalisée. Examiner chaque éprouvette pour déterminer si elle a été endommagée ou non. Une détérioration est définie par toute craquelure, fissure ou perforation visibles à l'œil nu ou par une rupture complète en deux ou en plusieurs morceaux. Lorsqu'une éprouvette n'est pas entièrement rompue, la plier suivant un angle de 90° dans le sens de la courbure causée par la percussion. Rechercher ensuite les craquelures le long du pli.

7.1.5 Répéter l'essai à des températures croissant par intervalles de 10 °C, en utilisant un nouveau jeu d'éprouvettes à chaque température, jusqu'à ce qu'on n'observe plus de détérioration. Abaisser ensuite la température du bain à la valeur la plus élevée pour laquelle une détérioration a été observée et effectuer des essais à des températures croissantes par paliers de 2 °C pour déterminer la température à laquelle on n'observe plus de détérioration. Enregistrer cette température comme la température de fragilité.

NOTE Dans le cas d'une étude sur la cristallisation ou sur les effets des plastifiants, des périodes de conditionnement plus longues en milieu gazeux peuvent être utilisées.

7.2 Mode opératoire B (détermination de la température de fragilité à 50 %)

7.2.1 Effectuer le mode opératoire comme décrit de 7.1.1 à 7.1.4, à l'exception de la température de démarrage qui est celle attendue pour 50 % de détérioration.

7.2.2 Si toutes les éprouvettes se détériorent à la température de démarrage, augmenter celle-ci de 10 °C et répéter l'essai. Si aucune éprouvette n'est détériorée, abaisser la température de 10 °C et répéter l'essai. Augmenter et abaisser la température par paliers de 2 °C et répéter l'essai jusqu'à ce que la température la plus basse et la température la plus élevée à laquelle aucune éprouvette n'est détériorée ont été déterminées. Enregistrer le nombre d'éprouvettes détériorées à chaque température. Utiliser un nouveau jeu d'éprouvettes à chaque température. Calculer la température de fragilité à 50 % en utilisant l'équation donnée en 7.2.3 ou par la méthode graphique décrite en 7.2.4.

7.2.3 Méthode de calcul: À partir du nombre d'éprouvettes détériorées à chaque température, calculer le pourcentage d'éprouvettes détériorées à chaque température pour déterminer la température de fragilité à 50 % en utilisant l'équation suivante:

$$T_b = T_h + \Delta T \left(\frac{S}{100} - \frac{1}{2} \right)$$

où

T_b est la température de fragilité à 50 % (°C);

T_h est la température la plus élevée de détérioration des éprouvettes (°C);

ΔT est l'intervalle des températures d'essais (°C);

S est le total des pourcentages de détérioration survenues à chaque intervalle de température à partir de la température à laquelle il n'y a pas de détérioration jusqu'à la température à laquelle toutes les éprouvettes sont détériorées, T_h (%).