

NORME
INTERNATIONALE

ISO
812

Première édition
1991-11-15

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

iTeh STANDARD PREVIEW
Rubber, vulcanized — Determination of low-temperature brittleness
(standards.iteh.ai)

ISO 812:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b2be3fb-634b-49d9-8705-96588c87acf7/iso-812-1991>



Numéro de référence
ISO 812:1991(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 812 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 première édition annule et remplace la Recommandation ISO/R 812:1968, dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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 vulcanisé — Détermination de la fragilité à basse température

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la température minimale à laquelle les matériaux en caoutchouc ne présentent aucun signe de fragilité lorsqu'ils sont soumis à un choc dans des conditions prescrites.

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

1.2 Deux modes opératoires sont décrits: le mode opératoire A, dans lequel la température de non-fragilité est déterminée, et le mode opératoire B, dans lequel l'éprouvette est soumise à un choc à une température prescrite.

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

NOTE 1 Un essai similaire pour les supports textiles recouverts de caoutchouc est décrit dans l'ISO 4646:1989, *Supports textiles revêtus de caoutchouc ou de plastique — Essai de choc à basse température*.

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 471:1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes*.

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 4661-1:1986, *Caoutchouc vulcanisé — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 1: Essais physiques*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 température limite de non-fragilité: Température minimale de non-détérioration, résultant des essais de fragilité à basse température effectués avec le nombre approprié d'éprouvettes dans les conditions prescrites.

3.2 vitesse d'essai: Vitesse linéaire relative entre le corps de frappe de l'appareil d'essai et une éprouvette maintenue dans une mâchoire au moment du choc.

4 Appareillage et matériaux

Un certain nombre d'appareils d'essai de choc dif-

férents sont commercialisés.¹⁾ L'appareil utilisé doit satisfaire aux exigences prescrites ci-après concernant certains de ses éléments constitutifs.

4.1 Mâchoires de serrage de l'éprouvette et corps de frappe (voir figure 1).

4.1.1 Les mâchoires de serrage doivent permettre de maintenir l'éprouvette comme une poutre en console. Chaque éprouvette individuelle doit être maintenue fermement dans ces mâchoires de serrage sans qu'aucune déformation ne soit provoquée.

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

Afin d'obtenir une vitesse dans les limites prescrites 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.

NOTE 2 Il existe des appareils commerciaux satisfaisant aux prescriptions de la présente Norme internationale pour lesquels le corps de frappe est commandé par moteur, par solénoïde, par gravité ou par ressort. Une méthode d'étalonnage de la vitesse d'un appareil à commande par solénoïde est donnée dans l'annexe A.

4.1.3 Les principales dimensions de l'appareil 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 $8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$;

1) Tout appareil d'essai de choc peut être utilisé pourvu qu'il ait été jugé approprié pour l'essai prescrit. Les appareils considérés comme tels sont disponibles au Royaume-Uni auprès de H.W. Wallace, 172 St. James's Road, Croydon CR9 2HR, et aux USA auprès de Testing Machines Inc., 400 Bayview Avenue, Amityville L.I., NY 11701 et auprès de Precision Scientific Co., 3737 W. Cortland St., Chicago, IL 60647.

Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ces appareils.

Dimensions en millimètres

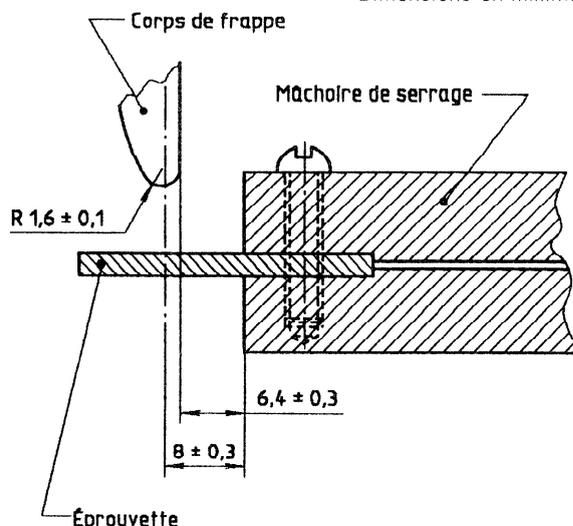


Figure 1 — Mâchoire de serrage et corps de frappe

4.2 Indicateur de température, utilisé avec un thermocouple (ou autre dispositif thermosensible), capable de couvrir la gamme d'essai à $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Un thermocouple, réalisé en fils de cuivre et de constantan d'un diamètre compris entre 0,2 mm et 0,5 mm, soudés à leur brasure, s'est avéré très satisfaisant.

La brasure du thermocouple ou le bulbe du thermomètre doit être placé(e) aussi près que possible des éprouvettes.

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

Le milieu doit être maintenu à la température d'essai avec une précision de $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ (voir ISO 3383).

NOTE 3 Les fluides suivants peuvent être utilisés:

- pour des températures allant jusqu'à $-60 \text{ }^\circ\text{C}$, 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;
- pour des températures allant jusqu'à $-70 \text{ }^\circ\text{C}$, méthanol ou éthanol;

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

5 Éprouvettes

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 4661-1. Elles doivent être normalement découpées à partir de feuilles en utilisant un emporte-pièce approprié et doivent être soit

du type A: bande de 25 mm à 40 mm de longueur, $6\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ de largeur et $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ d'épaisseur.

soit

du type B: éprouvette de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ d'épaisseur et dont la forme et les dimensions sont données à la figure 2.

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.

Il est essentiel d'utiliser des cutters bien tranchants pour la préparation des éprouvettes afin d'obtenir des résultats fiables.

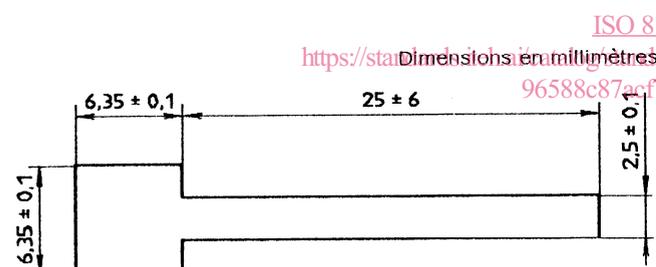


Figure 2 — Éprouvette de type B

6 Délai entre fabrication et essai

Sauf prescription contraire, l'intervalle de temps entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 1826.

7 Mode opératoire

7.1 Mode opératoire A

7.1.1 Essai avec milieu caloporteur liquide

7.1.1.1 Avant de procéder à l'essai, préparer un bain liquide et le porter à la température à laquelle l'essai doit être commencé. Placer une quantité suffisante de liquide dans le réservoir pour que

l'éprouvette ou les éprouvettes soient recouvertes d'environ 25 mm de liquide.

7.1.1.2 Monter l'éprouvette ou les éprouvettes dans l'appareil et les immerger durant 5 min à la température d'essai (voir ISO 3383).

La longueur libre de l'éprouvette ne doit pas être supérieure à 19 mm. Pour chaque choc, utiliser quatre éprouvettes de type A ou 10 éprouvettes de type B, si l'énergie de percussion disponible a la valeur minimale prescrite en 4.1.2.

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

7.1.1.3 Après immersion durant le temps prescrit à la température d'essai, noter la température et soumettre l'éprouvette ou les éprouvettes à une percussion unique.

7.1.1.4 Examiner chaque éprouvette pour déterminer si elle a été endommagée ou non. Une détérioration est définie par toute craquelure, fissure ou perforation visible à l'œil nu ou par une rupture complète en deux ou 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.

7.1.1.5 Utiliser de nouvelles éprouvettes pour chaque percussion.

7.1.1.6 Pour déterminer la température limite de non-fragilité d'un matériau, il est recommandé de commencer l'essai à une température inférieure à la température limite supposée et de procéder à l'essai à des températures croissant par intervalles de $10\text{ }^{\circ}\text{C}$, 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 successivement croissantes. Des paliers de $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ sont recommandés. Effectuer des essais à chaque température jusqu'à ce qu'on n'observe aucune détérioration pour une température. Noter cette température comme la température limite de non-fragilité.

7.1.2 Essai avec milieu caloporteur gazeux

7.1.2.1 Avant de procéder à l'essai, régler l'unité réfrigérante et amener l'enceinte d'essai, l'appareil d'essai et les éprouvettes à l'équilibre thermique à

la température souhaitée²⁾ (voir ISO 3383).

7.1.2.2 Ouvrir l'enceinte d'essai et soumettre à l'essai les éprouvettes conformément au mode opératoire prescrit de 7.1.1.2 à 7.1.1.6, mais les éprouvettes doivent être maintenues à la température d'essai durant 10 min avant la percussion. Des périodes de conditionnement supérieures à 1 h peuvent être utilisées pour étudier la cristallisation et les effets dus à la migration du plastifiant.

7.2 Mode opératoire B

7.2.1 Amener l'éprouvette ou les éprouvettes à l'équilibre à la température d'essai prescrite dans la spécification ou la classification du matériau (voir ISO 3383). Faire fonctionner l'appareil d'essai de façon que l'éprouvette ou les éprouvettes subissent un seul choc.

7.2.2 Retirer l'éprouvette ou les éprouvettes de l'enceinte d'essai et les laisser revenir à température normale (voir ISO 471). Examiner l'éprouvette ou les éprouvettes pour rechercher une éventuelle détérioration comme décrit en 7.1.1.4.

7.2.3 Soumettre à l'essai au moins quatre éprouvettes de type A ou 10 éprouvettes de type B. Quatre éprouvettes de type A ou 10 éprouvettes de type B peuvent être essayées simultanément à condition que la vitesse au moment du choc et après la percussion soit conforme aux prescriptions fixées en 4.1.2.

7.2.4 Considérer le matériau comme satisfaisant si aucune détérioration n'est observée sur aucune des éprouvettes de la série, ou insatisfaisant si une détérioration est observée.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète du matériau essayé;
- c) type d'éprouvette utilisé;
- d) nombre d'éprouvettes utilisées et nombre d'éprouvettes soumises au choc à chaque percussion;
- e) milieu caloporteur utilisé et type de matériel d'essai;
- f) mode opératoire utilisé (A ou B);
- g) température(s) d'essai;
- h) température limite de non-fragilité dans le cas du mode opératoire A;
- i) comportement satisfaisant ou insatisfaisant du matériau dans le cas du mode opératoire B.

2) Un appareil à commande par solénoïde peut être utilisé dans un milieu gazeux s'il peut être démontré que des températures basses ne nuisent pas au fonctionnement du mécanisme de percussion.

Une autre méthode utilisant un appareil à commande par solénoïde consiste à retirer l'enceinte d'essai et à insérer le corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette à travers la partie supérieure de l'unité réfrigérante, le solénoïde restant à l'extérieur de l'unité et isolé de l'air froid.

Annexe A (informative)

Étalonnage de la vitesse d'un appareil d'essai de choc à basse température à commande par solénoïde³⁾

A.1 Étalonnage de la vitesse avant l'essai

A.1.1 Principe

La hauteur, h , à laquelle une bille en acier, suspendue au mécanisme de frappe de l'appareil d'essai, se lève après que le mouvement vers le haut du corps de frappe a été arrêté par contact avec une butée mécanique est mesurée. La bille subit une décélération telle que la règle relative à un corps en chute libre est applicable.

A.1.2 Mode opératoire

A.1.2.1 Fixation du support de la bille

Enlever l'un des écrous fixant les tiges de guidage de la barre de frappe à la culasse de l'induit du solénoïde. Mettre la petite ouverture faite dans le support de la bille (voir figure A.1) sur la tige guide, replacer l'écrou et le resserrer.

A.1.2.2 Réglage du trajet du corps de frappe

Enlever la garde métallique du solénoïde. Étaler le tampon en caoutchouc (voir figure A.2) et l'insérer autour de l'induit. Replacer la garde du solénoïde. Insérer une éprouvette type dans le porte-éprouvette de l'appareil d'essai. Lever à la main le mécanisme de frappe jusqu'au bout du trajet. Il est indispensable que, le mécanisme de frappe étant à sa hauteur maximale, la barre de frappe soit en contact avec l'éprouvette, mais que la barre ne soit pas dans le plan de l'éprouvette. Si la barre de frappe n'est pas en contact avec l'éprouvette, le tampon en caoutchouc doit être enlevé et remplacé par un tampon plus mince. D'autre part, si la barre de frappe entre dans le plan de l'éprouvette, le tampon doit être remplacé par un tampon plus épais.

A.1.2.3 Mise en place de la bille et du tube de mesure

Placer une bille en acier, de 19 mm de diamètre, sur le porte-bille. (En théorie, le mouvement vers le haut de la bille est indépendant de la masse de celle-ci.

Cependant, si la masse est trop grande, le mouvement de la barre de frappe peut être gêné.) Fixer un tube en verre ou en plastique transparent, de 25,4 mm de diamètre intérieur minimal, en position verticale directement au-dessus de la bille. Le tube doit comporter une échelle divisée en intervalles de 5 mm. La position du zéro de l'échelle doit être alignée avec la partie supérieure de la bille lorsque celle-ci est à l'apogée du trajet du mécanisme de frappe.

A.1.2.4 Mesure et calcul

L'appareil d'essai étant équipé selon les indications précédentes, sans éprouvettes ni liquide d'immersion, activer le solénoïde et lire la hauteur de la bille à 5 mm près. Effectuer au moins cinq mesurages. Faire la moyenne de tous les résultats et l'exprimer en mètres. Calculer la vitesse du corps de frappe, v , en mètres par seconde, à l'aide de l'équation

$$v = \sqrt{2gh}$$

où

g est l'accélération, en mètres par seconde carrée, due à la pesanteur ($= 9,8 \text{ m/s}^2$);

h est la hauteur moyenne, en mètres, de la bille.

NOTE 4 Il convient d'effectuer les mesurages d'étalonnage avec l'appareil d'essai appuyé sur une surface non élastique, telle qu'une paillasse ou un sol en béton. Des montages élastiques ont tendance à absorber une partie de l'énergie du corps de frappe, ce qui donne lieu à de basses valeurs pour la hauteur de la bille.

A.2 Étalonnage de la vitesse pendant l'essai

A.2.1 L'appareil d'essai étant équipé du support de bille, de la bille et du tube de mesure (voir A.1), mais sans le tampon en caoutchouc (l'appareil d'essai étant dans la condition normale de fonctionnement) et sans éprouvettes ni milieu d'immersion, activer le solénoïde et lire la hauteur de la bille à 5 mm près. Effectuer 10 mesurages. Sur la base de la lecture la plus basse et de la lecture la plus haute

3) Il est à noter que la présente annexe est applicable uniquement à certains types d'appareil d'essai de choc.

de la hauteur de la bille, déterminer la gamme de vitesses du corps de frappe, au moyen de l'équation donnée en A.1.2.4. Cette gamme est désignée «gamme de vitesses à l'apogée du trajet».

A.2.2 L'appareil d'essai étant équipé selon les indications de A.2.1, mais également avec l'éprouvette ou les éprouvettes et le milieu d'immersion, effectuer l'essai de fragilité selon les indications de l'article 7. Lire la hauteur de bille chaque fois que le solénoïde est actué. Transformer la hauteur de bille en vitesse selon les indications de A.1.2.4. Si la vitesse se trouve dans la gamme de vitesses à l'apogée du trajet déterminée d'avance, l'essai est considéré comme valable. Si la vitesse se trouve en dehors de la gamme déterminée d'avance, l'essai est non valable et ne doit pas être mentionné dans le rapport d'essai. Si des essais successifs s'avèrent non valables, des réglages doivent être effectués afin d'amener la vitesse à l'apogée du trajet dans la gamme admissible déterminée d'avance. Cela peut être réalisé en réduisant le nombre d'éprouvettes à l'essai pour chaque choc.

A.2.3 L'exemple suivant est typique du mode opératoire entier d'étalonnage de la vitesse pour les appareils d'essai à commande par solénoïde.

a) En suivant le mode opératoire prescrit en A.1, on a trouvé que la vitesse du corps de frappe au point d'impact d'un appareil d'essai, sans éprouvettes ni milieu d'immersion, était de 1,9 m/s. Cette vitesse se trouvait dans les limites prescrites en 4.1.2.

b) En suivant le mode opératoire prescrit en A.2.1, l'appareil d'essai étant sans éprouvettes ni milieu d'immersion, on a trouvé que la gamme de vitesses du corps de frappe à l'apogée du trajet était de 2,5 m/s à 2,7 m/s. Cette gamme devient la gamme admissible pour cette série d'essais. Il convient d'établir la gamme admissible chaque fois qu'on détermine la vitesse du corps de frappe au point d'impact (voir A.1).

c) En suivant le mode opératoire prescrit en A.2.2, l'appareil étant pourvu d'une (des) éprouvette(s) et du milieu d'immersion, on a trouvé que la vitesse à l'apogée du trajet, pendant la première actuation du solénoïde, était de 2,5 m/s. Cette vitesse se trouvait dans la gamme admissible et l'essai était valable.

d) On a trouvé que les vitesses à l'apogée du trajet, pendant les deuxième et troisième actuations du solénoïde, étaient respectivement de 2,4 m/s et 2,3 m/s. Ces vitesses étaient en dehors de la gamme admissible et les deux essais étaient non valables.

e) On a effectué des réglages afin d'augmenter la vitesse à l'apogée du trajet, en suivant le mode opératoire prescrit en A.2.2.

f) On a trouvé que les vitesses à l'apogée du trajet, pendant la quatrième actuation du solénoïde et pendant toutes celles qui suivaient, se trouvaient entre 2,5 m/s et 2,7 m/s. Les résultats de tous ces essais étaient valables.

Dimensions en millimètres

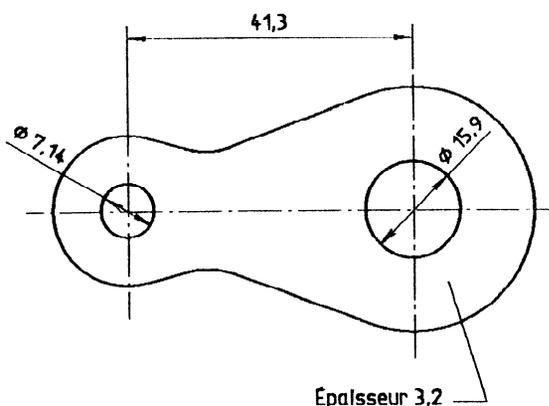


Figure A.1 — Support de la bille

Dimensions en millimètres

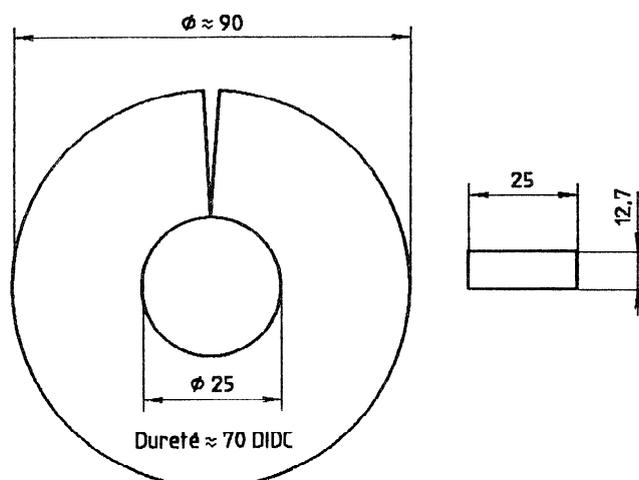


Figure A.2 — Tampon en caoutchouc

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 812:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b2be3fb-634b-49d9-8705-96588c87acf7/iso-812-1991>