
**Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique —
Détermination de la déformation rémanente
après compression aux températures ambiantes,
élevées ou basses**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of compression
set at ambient, elevated or low temperatures*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/64ecab13-0f0e-437d-9d3d-388fdccd206/iso-815-1991>



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 815 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 815:1972) et la première édition de l'ISO 1653 (ISO 1653:1975), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données 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 ou thermoplastique — Détermination de la déformation rémanente après compression aux températures ambiantes, élevées ou basses

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination des caractéristiques de déformation rémanente après compression des caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques aux températures ambiantes, élevées ou basses.

Les méthodes sont destinées à mesurer l'aptitude des caoutchoucs de dureté comprise entre 10 DIDC et 95 DIDC à conserver leurs propriétés élastiques à des températures prescrites après une compression prolongée à déformation constante (25 % lorsque c'est possible) dans l'une des conditions d'essai décrites. Pour les caoutchoucs ayant une dureté supérieure à 80 DIDC, un taux de compression plus faible est utilisé: 15 % lorsque la dureté nominale est comprise entre 80 DIDC et 89 DIDC et 10 % lorsque la dureté nominale est comprise entre 90 DIDC et 95 DIDC.

NOTES

1 Lorsqu'un caoutchouc est maintenu sous compression, des changements physiques ou chimiques peuvent se produire qui font que le caoutchouc, une fois relâché, ne recouvrera pas ses dimensions initiales. Il en résulte une déformation permanente dont l'importance dépend à la fois de la durée et de la température de la compression, et de la durée et de la température de la reprise élastique. Aux températures élevées, les changements chimiques deviennent de plus en plus importants et produisent une déformation permanente qui peut être mesurée en laissant les éprouvettes reposer à température normale. Aux basses températures, les changements résultant des effets de la transformation vitreuse ou de la cristallisation deviennent prédominants, et ces effets étant annulés par une élévation de la température, il est nécessaire de procéder à tous les mesurages à la température de l'essai (voir ISO 6471).

2 Un guide pour l'utilisation de résultats de fidélité est donné pour information dans l'annexe A et des résultats d'essais de déformation rémanente après compression à -25 °C et à 100 °C sans lubrifiant sont donnés pour information dans l'annexe B.

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 468:1982, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

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 4648:1991, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des dimensions des éprouvettes et des produits en vue des essais.*

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

ISO 6471:1983, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination des effets de la cristallisation sous compression.*

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées.*

3 Principe

3.1 Températures ambiantes et élevées

Une éprouvette d'épaisseur connue est comprimée à température normale à un taux déterminé. Ce taux étant maintenu constant, l'éprouvette est conservée pendant un temps prescrit à la température normale ou à une température élevée définie. Après suppression de la compression, l'éprouvette est maintenue au repos à la température normale pendant un temps prescrit et l'épaisseur de l'éprouvette est mesurée de nouveau.

3.2 Basses températures

Une éprouvette d'épaisseur connue est comprimée à température normale à un taux déterminé. Ce taux étant maintenu constant, l'éprouvette est conservée pendant un temps prescrit à une basse température définie. Après suppression de la compression, l'éprouvette est maintenue au repos à cette température. L'épaisseur est mesurée par intervalles après suppression de la compression, afin d'obtenir une évaluation des caractéristiques de déformation permanente à partir d'une courbe donnant la reprise élastique en fonction du temps à la basse température.

4 Appareillage

4.1 Appareil de compression, comprenant les plaques de compression, les pièces d'écartement en acier et le dispositif de serrage.

4.1.1 Plaques de compression, consistant en une paire de plaques planes et parallèles en acier chromé parfaitement poli ou en acier inoxydable parfaitement poli, entre les faces desquelles l'éprouvette est comprimée.

L'état de surface des plaques de compression doit être tel que le R_a par rapport à la ligne moyenne du profil ne soit pas supérieur à $0,4 \mu\text{m}$ (voir ISO 468). Les plaques doivent

- être suffisamment rigides pour ne pas fléchir de plus de $0,01 \text{ mm}$ lorsqu'une éprouvette comprimée est en place;

- être de dimensions suffisantes pour que l'éprouvette, une fois comprimée entre les plaques, ne déborde pas de leur surface.

Des plaques en acier d'environ 115 mm de diamètre et de $6,5 \text{ mm}$ et $12,5 \text{ mm}$ d'épaisseur respective sont conseillées. Un appareil type est représenté à la figure 1.

4.1.2 Dispositif de mesurage de la température.

Pour les essais à basse température, les plaques doivent comporter un moyen permettant de mesurer directement leur température à $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.1.3 Pièces d'écartement, en acier doux, permettant d'obtenir la compression requise. Leurs dimensions et leur forme doivent être telles qu'elles n'entrent pas en contact avec l'éprouvette comprimée.

L'épaisseur des pièces d'écartement doit être comme suit: lorsque, dans un même essai, plusieurs pièces d'écartement sont utilisées, leurs épaisseurs ne doivent pas différer de $\pm 0,01 \text{ mm}$ de la valeur moyenne.

Épaisseur des pièces d'écartement	Type d'éprouvette
9,4 mm max. 9,3 mm min.	A
4,8 mm max. 4,7 mm min.	B

Dans le cas des études de cristallisation, il est nécessaire de contrôler aussi précisément que possible le taux de compression et des pièces d'écartement de différentes épaisseurs sont nécessaires. L'épaisseur des pièces d'écartement doit être choisie de façon que la compression de l'éprouvette soit égale à $(25 \pm 1) \%$ de l'épaisseur mesurée de l'éprouvette.

Un taux de compression de 15% doit être utilisé lorsque la dureté est comprise entre 80 DIDC et 89 DIDC . L'épaisseur des pièces d'écartement doit être comme suit:

Épaisseur des pièces d'écartement	Type d'éprouvette
10,7 mm max. 10,6 mm min.	A
5,4 mm max. 5,3 mm min.	B

Dimensions en millimètres

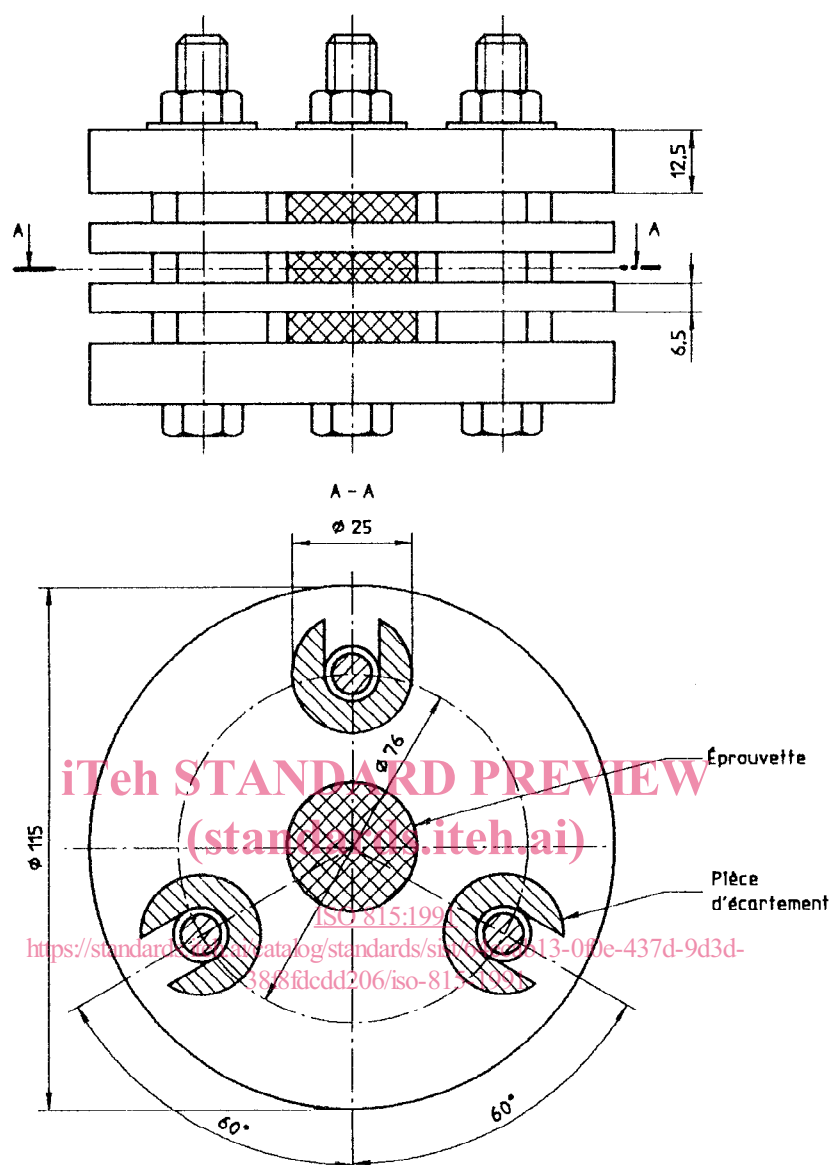


Figure 1 — Appareil type pour la détermination de la déformation rémanente après compression utilisant des éprouvettes du type A

Un taux de compression de 10 % doit être utilisé lorsque la dureté est supérieure à 90 DIDC. L'épaisseur des pièces d'écartement doit être comme suit:

Épaisseur des pièces d'écartement	Type d'éprouvette
11,30 mm max. 11,25 mm min.	A
5,70 mm max. 5,65 mm min.	B

NOTE 3 Pour les études de cristallisation, afin d'obtenir la précision définie pour le taux de compression et compte tenu des tolérances permises sur l'épaisseur de l'éprouvette, il convient de disposer de pièces d'écartement ayant, par exemple, les trois épaisseurs 9,12 mm, 9,38 mm et 9,62 mm pour les éprouvettes du type A et les quatre épaisseurs 4,56 mm, 4,67 mm, 4,78 mm et 4,89 mm pour les éprouvettes du type B, la tolérance étant de $\pm 0,005$ mm dans tous les cas.

Quand une gamme de pièces d'écartement n'est pas disponible, l'emploi de jauges d'épaisseur pour ajuster correctement l'épaisseur comprimée est recommandé. Dans ce cas, il faut veiller à ce que les plaques de compression comprimant l'éprouvette soient parallèles.

4.1.4 Dispositif de serrage.

Pour les essais à des températures normales ou élevées, un simple dispositif à serrage à vis convient. Pour les essais à des basses températures, un dispositif à libération rapide des éprouvettes est nécessaire. Il peut être soit mécanique, soit pneumatique.

4.2 Étuve ou chambre froide, conforme aux prescriptions de l'ISO 3383 et capable de maintenir l'appareil de compression et les éprouvettes à la température d'essai en respectant les tolérances prescrites en 6.2.

La chambre froide peut comporter un système de réfrigération mécanique ou être refroidie directement au moyen de glace carbonique ou d'azote liquide. La température d'essai doit être mesurée directement à l'intérieur des plaques de compression avec une précision de $\pm 0,5$ °C.

La chambre froide doit être équipée de façon qu'il soit possible de libérer les éprouvettes et de procéder à tous les mesurages ultérieurs sans contact direct, par exemple au moyen d'une boîte à gants ou d'un télémanipulateur.

La température de la chambre doit pouvoir être maintenue dans les limites tolérées pendant le déroulement de ces opérations.

Le temps nécessaire pour obtenir une stabilisation de la température dépend du type d'étuve ou de chambre froide et de la masse calorifique de l'ensemble de l'appareil de compression. Pour obtenir des résultats comparables dans le cas d'essais d'une durée de 24 h à température élevée, il est nécessaire d'attendre la stabilisation de la température à l'intérieur des éprouvettes, aux tolérances prescrites près, après au moins 3 h.

4.3 Paire de pinces, pour la manipulation des éprouvettes.

4.4 Comparateur à cadran (pour mesurer l'épaisseur de l'éprouvette), ayant une touche circulaire plane de 4 mm à 10 mm de diamètre et une platine rigide et plane (voir ISO 4648:1991, méthode A) et exerçant une pression d'application de 22 kPa \pm 5 kPa. Il doit être adapté à l'emploi à la température d'essai requise et être calibré pour les mesurages à cette température. Dans le cas d'essais comparatifs, la touche circulaire doit avoir le même diamètre.

4.5 Chronomètre, d'une précision de $\pm 0,2$ s ou ± 1 %, la moins précise de ces valeurs étant retenue.

5 Éprouvettes

5.1 Dimensions

Les éprouvettes doivent avoir l'une des deux dimensions correspondant aux types A et B.

L'éprouvette du type A est un disque cylindrique de 29 mm \pm 0,5 mm de diamètre et de 12,5 mm \pm 0,5 mm d'épaisseur.

L'éprouvette du type B est un disque cylindrique de 13 mm \pm 0,5 mm de diamètre et de 6,3 mm \pm 0,3 mm d'épaisseur.

Ces deux types ne donnent pas nécessairement les mêmes valeurs de déformation rémanente après compression et la comparaison de résultats obtenus à partir d'éprouvettes de dimensions différentes doit être évitée.

Les éprouvettes du type A sont préférées pour l'essai de caoutchoucs à faible déformation rémanente car l'emploi de ces éprouvettes plus grandes permet d'atteindre une plus grande précision. Les éprouvettes du type B sont prélevées lorsque les éprouvettes doivent être découpées dans des produits. Dans ce cas, les éprouvettes doivent être prélevées aussi près que possible du centre du produit, sauf prescription contraire.

5.2 Préparation

Les éprouvettes doivent, chaque fois que c'est possible, être préparées en moulant chaque disque. Il est permis de les préparer en découpant chaque disque ou bien en superposant plusieurs disques, trois au maximum.

Le découpage doit être fait conformément à l'ISO 4661-1.

Les éprouvettes à disques superposés doivent avoir les dimensions prescrites en 5.1 et doivent être obtenues en superposant, sans adhésif, les disques ou le caoutchouc découpé dans des feuilles. Pour qu'ils collent les uns aux autres, les disques peuvent être comprimés de quelques pour-cent durant 1 min. Le nombre de disques superposés pour préparer une éprouvette ne doit pas être supérieur à trois. L'épaisseur totale doit alors être mesurée.

Les éprouvettes préparées par les différentes méthodes décrites ci-dessus peuvent donner des résultats différents et les comparaisons de valeurs doivent être évitées.

NOTE 4 L'attention est attirée sur l'influence importante du degré de réticulation sur les valeurs de déformation rémanente après compression. Il peut être nécessaire d'ajuster la vulcanisation des éprouvettes moulées pour qu'elle soit représentative des différentes épaisseurs de feuilles ou de produits moulés.

Lorsque l'éprouvette obtenue par découpage présente une forme en diabolo gênante, une amélioration est possible en la préparant en deux étapes: une pièce trop grande est d'abord découpée, puis elle est amenée aux dimensions exactes avec un deuxième couteau.

L'emploi, pour le contrôle de produits manufacturés, d'éprouvettes obtenues en superposant plusieurs disques, doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

5.3 Mesurage de l'épaisseur

L'épaisseur doit être mesurée à 0,01 mm près dans la partie centrale de l'éprouvette, en utilisant le comparateur à cadran (4.4).

5.4 Nombre

Trois éprouvettes distinctes doivent être essayées. Dans le cas d'essais aux basses températures, chaque éprouvette doit être essayée séparément dans un dispositif de serrage (4.1.4) différent.

5.5 Délai entre la vulcanisation et l'essai

Pour tous les essais, le délai minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

Pour les essais effectués sur des éprouvettes ne provenant pas de produits manufacturés, le délai maximal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines, et pour les mesures destinées à être comparées, les essais doivent, dans toute la mesure du possible, être effectués après un même délai.

Pour les essais effectués sur des produits manufacturés, chaque fois que c'est possible, le délai entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas être supérieur à 3 mois. Dans les autres cas, les essais doivent être effectués dans un délai de 2 mois à dater de la réception du produit par l'acheteur (voir ISO 1826).

5.6 Conditionnement

Les échantillons et les éprouvettes doivent être, autant que possible, protégés de la lumière et de la chaleur durant la période séparant la vulcanisation de l'essai.

Les éprouvettes préparées doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai pendant une durée minimale de 3 h à l'une des températures normales prescrites dans l'ISO 471. La même température doit être utilisée tout au long d'un même essai ou d'une série d'essais destinés à des comparaisons.

Dans le cas d'études de cristallisation, les éprouvettes doivent être décristallisées immédiatement

avant l'essai en les chauffant à 70 °C durant 45 min dans une étuve (4.2). Elles sont ensuite conditionnées à la température normale.

6 Conditions d'essai

6.1 Durée de l'essai

Les durées d'exposition doivent être de (24 ± 2) h, (72 ± 2) h, (168 ± 2) h, ou d'un multiple de 168 h, mesurées à partir du moment où l'appareil de compression est placé dans l'étuve ou la chambre froide (4.2).

Dans le cas des basses températures, les durées préférées sont de (24 ± 2) h et de (72 ± 2) h.

Des durées plus longues peuvent être utilisées dans le cas d'étude de cristallisation ou de migration de plastifiants à des températures prescrites.

6.2 Température de l'essai

Les températures d'essai doivent être l'une des températures normales 23 ± 2 °C ou 27 ± 2 °C (voir ISO 471) pour les essais à température ambiante, et l'une des températures suivantes pour les essais à

Températures élevées	Basses températures
°C	°C
40 ± 1	0 ± 1
55 ± 1	-10 ± 1
70 ± 1	-25 ± 1
85 ± 1	-40 ± 1
100 ± 1	-55 ± 1
125 ± 2	-70 ± 1
150 ± 2	-80 ± 1
175 ± 2	-100 ± 2
200 ± 2	
225 ± 2	
250 ± 2	

Une attention particulière doit être portée à l'interprétation des résultats obtenus aux températures élevées. L'influence de la stabilité thermique du vulcanisat sur les résultats augmente avec la température de l'étuve. À des températures encore plus élevées, l'oxydation superficielle des éprouvettes intervient de façon sensible sur la valeur de déformation rémanente observée. Il n'y a pas de corrélation simple entre la déformation rémanente après compression observée aux températures élevées et la déformation rémanente après compression observée à la température ambiante.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareil de compression

L'appareil de compression (4.1) étant à la température normale, nettoyer soigneusement les surfaces utiles. Appliquer un film mince de lubrifiant sur les faces des plaques de compression (4.1.1) qui viendront au contact des éprouvettes. Le lubrifiant utilisé ne doit pas agir de façon sensible sur le caoutchouc pendant l'essai; il doit être décrit dans le rapport d'essai (voir article 10).

NOTE 5 Dans la plupart des cas, un liquide silicone ou fluorosilicone ayant une viscosité cinématique de 0,01 m²/s à la température normale constitue un lubrifiant convenable.

Si, pour une raison quelconque, aucun lubrifiant n'est utilisé, ceci doit être mentionné dans le rapport d'essai ou la spécification du produit.

7.2 Mesurage de l'épaisseur

Mesurer l'épaisseur au centre de chaque éprouvette, à 0,01 mm près.

7.3 Application de la compression

Placer les éprouvettes entre les paires de plaques de compression en même temps que les pièces d'écartement (4.1.3) et en prenant soin d'éviter tout contact entre les éprouvettes et les boulons ou les pièces d'écartement. Actionner le dispositif de serrage (4.1.4) de façon que les plaques soient rapprochées en restant parallèles jusqu'à ce qu'elles viennent au contact des pièces d'écartement. La compression appliquée doit correspondre à environ 25 % de l'épaisseur initiale de l'éprouvette. Elle doit être d'environ 15 % ou 10 % dans le cas de duretés plus élevées (voir 4.1.3).

7.4 Démarrage de l'essai

Introduire sans délai l'appareil de compression contenant les éprouvettes au centre de l'étuve ou de la chambre froide (4.2) réglée au préalable à la température d'essai (voir 6.2).

7.5 Achèvement de l'essai dans le cas des températures élevées

7.5.1 La durée d'essai requise (voir 6.1), étant achevée, retirer l'appareil de compression de l'étuve. Desserrer immédiatement les boulons et transférer rapidement les éprouvettes sur un plan de travail en bois. Les laisser reposer à la température normale durant 30 min ± 3 min et mesurer alors leur épaisseur.

7.5.2 Une autre méthode de refroidissement peut être utilisée consistant à refroidir l'appareillage de compression à la température normale durant 30 min à 120 min, puis à libérer les éprouvettes et à mesurer leur épaisseur après un temps de repos de 30 min ± 3 min. Si cette méthode de refroidissement est utilisée, le rapport d'essai doit le mentionner explicitement.

7.6 Achèvement de l'essai dans le cas des basses températures

7.6.1 La durée d'essai requise étant achevée, relâcher le dispositif de serrage aussi rapidement que possible et simultanément mettre en marche le chronomètre (4.5).

7.6.2 À l'intérieur de la chambre froide, mesurer l'épaisseur dans la partie centrale de l'éprouvette à 0,01 mm près, à des intervalles de temps commençant aussi rapidement que possible après relâchement du dispositif de serrage et se terminant au bout de 2 h afin de pouvoir tracer une courbe donnant la variation de l'épaisseur en fonction du logarithme du temps (les temps de 10 s, 30 s, 1 min, 3 min, 10 min, 30 min et 2 h sont suggérés). Les éprouvettes doivent être toujours manipulées avec les pinces (4.3). Au bout de 2 h, retirer l'éprouvette de la chambre froide.

7.7 Examen interne

Couper les éprouvettes en deux morceaux selon un diamètre; si des défauts internes, tels qu'occlusions d'air, sont constatés, éliminer le résultat de l'essai.

8 Expression des résultats

8.1 La déformation rémanente après compression, C , exprimée en pourcentage de la compression initiale, est donnée par la formule

$$\frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_s} \times 100$$

où

h_0 est l'épaisseur initiale, en millimètres, de l'éprouvette;

h_1 est l'épaisseur, en millimètres, de l'éprouvette après reprise élastique;

h_s est la hauteur, en millimètres, de la pièce d'écartement.

Noter le résultat à 1 % près.

8.2 Aucun résultat individuel d'essai ne doit s'écarter de la valeur numérique de la médiane de plus de 2 % ou de plus d'un dixième de la moyenne, en retenant la valeur la plus élevée. Dans le cas

contraire, trois nouvelles éprouvettes doivent être essayées et la valeur médiane de l'ensemble des résultats doit être retenue et le nombre d'éprouvettes noté.

8.3 Dans le cas des essais à basse température, les résultats doivent être représentés pour chaque éprouvette sur un papier semi-logarithmique avec le temps en abscisse logarithmique et l'épaisseur en ordonnée linéaire. Sur l'intervalle de temps couvrant le processus de reprise élastique, les points s'alignent généralement approximativement sur une ligne droite, ce qui permet de déterminer l'épaisseur après toute une durée désirée de reprise par extrapolation (jusqu'à deux puissances de 10 du temps) ou par interpolation.

Normalement, les valeurs de déformation rémanente après compression sont calculées pour des durées de reprise élastique de 30 s et 30 min.

9 Fidélité

9.1 Généralités

La détermination de la fidélité de la méthode d'essai, c'est-à-dire l'expression de la répétabilité et de la reproductibilité, a été effectuée conformément à l'ISO/TR 9272. Consulter ce texte pour les concepts de fidélité et pour la nomenclature. L'annexe A présente un guide pour l'utilisation de la répétabilité et de la reproductibilité.

9.2 Détails concernant la détermination de la fidélité

9.2.1 Un programme d'essais interlaboratoires (ITP) a été organisé en 1986 par le Laboratoire de Recherche et de Contrôle du Caoutchouc et des Plastiques (LRCCP). Trois matériaux (mélanges à base de caoutchouc vulcanisés) ont été utilisés: A = SBR, B = NBR, C = EPDM. Des éprouvettes ont été envoyées à tous les laboratoires et les essais ont été réalisés à 100 °C et à -25 °C conformément à la présente Norme internationale.

9.2.2 Deux types d'éprouvettes cylindriques ont été utilisés: le type A avec un diamètre de 29 mm \pm 0,5 mm et une épaisseur de 12,5 mm \pm 0,5 mm et le type B avec un diamètre de 13 mm \pm 0,5 mm et une épaisseur de 6,3 mm \pm 0,3 mm.

9.2.3 La méthode d'essai exige l'utilisation d'un lubrifiant entre les surfaces des éprouvettes et les plaques de compression. Afin de déterminer si les résultats sont influencés par l'utilisation d'un lubrifiant, tous les essais ont été effectués avec et sans lubrifiant.

9.2.4 Les essais ont été effectués avec une durée de (24 \pm 2) h à environ 25 % de compression, sur trois éprouvettes pour chaque condition d'essai. La valeur médiane de la déformation rémanente après compression a été retenue comme «résultat d'essai» ainsi qu'il est prescrit dans la méthode. Pour l'essai à 100 °C, la déformation permanente a été mesurée après 30 min \pm 3 min de repos à température ambiante à la suite du retrait des éprouvettes du dispositif de compression.

9.2.5 Pour l'essai à -25 °C, la déformation rémanente après compression a été mesurée 30 s et 30 min à la suite du retrait de l'éprouvette du dispositif de compression, l'éprouvette étant maintenue à -25 °C.

9.2.6 Une fidélité de type 1 a été déterminée dans l'ITP. La répétabilité et la reproductibilité ont été estimées sur une période de temps de quelques jours. Au total, 19 laboratoires ont effectué l'essai à 100 °C et 12 laboratoires celui à -25 °C.

9.3 Résultats concernant la détermination de la fidélité de la méthode d'essai

9.3.1 Les résultats concernant la détermination de la fidélité de la méthode d'essai avec éprouvette lubrifiée sont donnés dans le tableau 1 pour la déformation rémanente après compression à 100 °C, et dans le tableau 2 pour la déformation rémanente après compression à -25 °C.

9.3.2 Les résultats concernant la détermination de la fidélité de la méthode d'essai sans lubrification sont donnés dans l'annexe B.

9.3.3 Les symboles r , (r), R , (R), utilisés dans les tableaux de résultats, sont définis comme suit:

- r = répétabilité, en unités de mesure
- (r) = répétabilité, en pour-cent (relative)
- R = reproductibilité, en unités de mesure
- (R) = reproductibilité, en pour-cent (relative)

10 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) précisions concernant le mélange et la vulcanisation, si nécessaire,