
**Caoutchouc vulcanisé — Détermination
du retrait à basse température (essai TR)**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2921:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 2921:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

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 2921 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 2921:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique, principalement destinée à ajouter une annexe spécifiant un programme d'étalonnage de l'appareillage utilisé.

(standards.iteh.ai)

ISO 2921:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2921:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011>

Caoutchouc vulcanisé — Détermination du retrait à basse température (essai TR)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente Norme internationale peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

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

La présente Norme internationale ne couvre pas les caoutchoucs thermoplastiques car beaucoup d'élastomères thermoplastiques ont une limite élastique dans la gamme d'allongement allant de 5 % à 20 %. Ce fait peut avoir une répercussion sur le résultat lorsqu'on effectue des essais TR sur des caoutchoucs thermoplastiques et les résultats d'essai obtenus sont à analyser avec prudence.

2 Références normatives

ISO 2921:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-100110500002>

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 18899:2004, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

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

3 Principe

Une éprouvette est étirée à température normale de laboratoire 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 spécifiés se produisent sont déterminées.

4 Appareillage

4.1 Appareillage de retrait, comprenant les éléments spécifiés en 4.2 à 4.8 (voir également la Figure 1).

4.2 Agent de transfert de chaleur, liquide ou gazeux, qui demeure fluide à la température d'essai et qui n'affecte pas de façon sensible le matériau soumis à essai, comme prescrit dans l'ISO 23529.

Des gaz peuvent être employés comme agent de transfert de chaleur à condition que l'appareillage soit conçu de façon que les résultats des essais les utilisant reproduisent ceux obtenus avec des liquides.

Les fluides suivants ont été utilisés de façon satisfaisante:

- a) pour des températures allant jusqu'à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, fluides silicone d'une viscosité cinématique de $5\text{ mm}^2/\text{s}$ à température ambiante, qui sont habituellement appropriés 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 $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$, éthanol;
- c) pour des températures allant jusqu'à $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$, méthylcyclohexane refroidi à l'azote liquide (s'est avéré satisfaisant avec l'utilisation d'un appareillage approprié).

4.3 Dispositif de mesure de température, capable de mesurer une température à $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ près sur toute la plage de températures d'utilisation de l'appareillage.

Le capteur de température doit être positionné à côté des éprouvettes.

4.4 Commande de la température, capable de maintenir la température de l'agent de transfert de chaleur à $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.5 Récipient pour agent de transfert de chaleur: un bain pour un liquide, ou une chambre d'essai pour un gaz, avec un moyen de chauffage de l'agent de transfert de chaleur.

4.6 Dispositif d'agitation de l'agent de transfert de chaleur: un agitateur pour les liquides, ou un ventilateur ou une soufflante pour des gaz, pour assurer une bonne circulation de l'agent de transfert de chaleur. Il est important que l'agitateur déplace également le liquide verticalement pour assurer une température uniforme dans le liquide.

4.7 Chronomètre ou autre dispositif de mesurage du temps, étalonné en secondes.

4.8 Chevalet avec supports d'éprouvettes, comprenant un dispositif de mise en charge, des mors pour une ou plusieurs éprouvettes et un système de blocage pour les mors supérieurs (mobiles) (voir Figure 1).

Le chevalet doit être conçu de façon à maintenir une légère tension (10 kPa à 20 kPa dans l'air) sur chaque éprouvette et à leur permettre un allongement pouvant aller jusqu'à un maximum de 350% ; la conception doit permettre aux mors supérieurs de pouvoir être bloqués pour un allongement choisi, puis libérés. Un dispositif doit être prévu de façon à permettre la lecture de la longueur de chaque éprouvette à n'importe quel moment de l'essai, avec une exactitude d'au moins $\pm 0,25\text{ mm}$.

En alternative, une série d'échelles graduées amovibles permettant de lire le retrait directement comme un pourcentage de l'allongement du caoutchouc gelé, avec une exactitude de $\pm 0,5\%$, peut être utilisée.

Les parties mobiles de l'appareillage doivent être construites de façon qu'il y ait le moins de frottement possible.

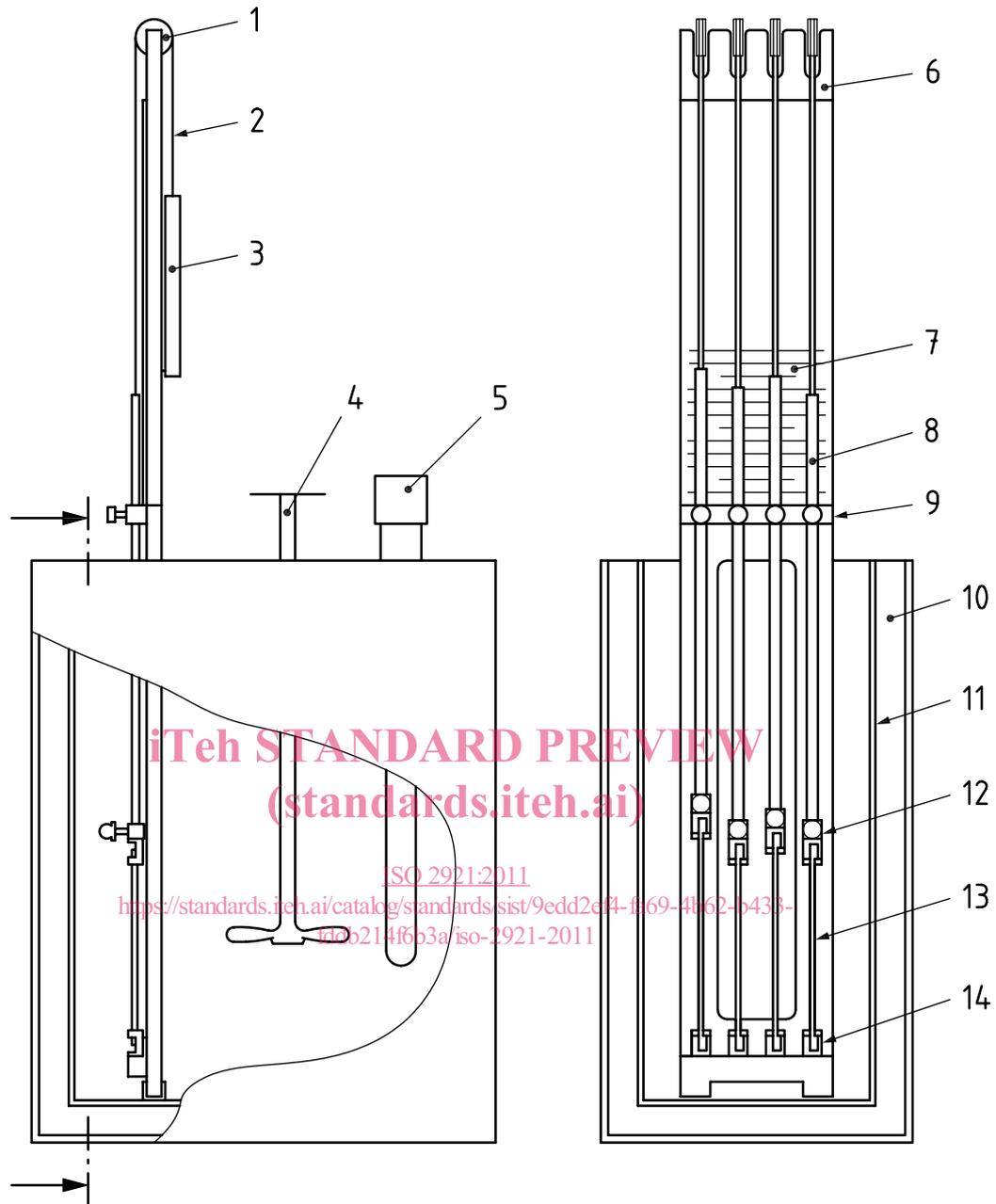
5 Étalonnage

L'appareillage d'essai doit être étalonné conformément au programme donné à l'Annexe A.

6 Éprouvettes

6.1 Préparation

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 23529.



Légende

- | | |
|---|---|
| <p>1 poulie</p> <p>2 corde</p> <p>3 contrepoids</p> <p>4 agitateur</p> <p>5 dispositif de chauffage (thermoplongeur) pour l'agent de transfert de chaleur</p> <p>6 chevalet</p> <p>7 échelle graduée amovible</p> <p>8 partie supérieure du support supérieur d'éprouvette</p> <p>9 système de blocage des supports supérieurs d'éprouvette</p> | <p>10 isolation thermique</p> <p>11 bain pour fluide réfrigérant</p> <p>12 mors supérieur du support d'éprouvette</p> <p>13 éprouvette</p> <p>14 mors inférieur du support d'éprouvette</p> |
|---|---|

Figure 1 — Appareillage de retrait

6.2 Types

6.2.1 Éprouvette normalisée

L'éprouvette normalisée doit être une bande comportant des extrémités élargies permettant sa fixation, avec des dimensions conformes à celles de la Figure 2. La longueur de référence doit être de $100\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ ou $50\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$. L'éprouvette de longueur de référence de $100\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ est utilisée de préférence pour les essais avec faibles allongements, et celle de longueur de référence de $50\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ pour les essais avec des allongements plus importants. Les éprouvettes doivent être découpées dans une feuille plate d'épaisseur $2\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$, à l'aide d'un emporte-pièce tranchant. Les feuilles peuvent être préparées par moulage ou à partir de produits finis par découpage et meulage.

L'éprouvette de 50 mm peut être également utilisée avec un allongement de 50 % si l'exactitude de la lecture du système de mesurage est d'au moins $\pm 0,125\text{ mm}$.

6.2.2 Éprouvettes découpées dans des produits

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

Noter que de telles éprouvettes ne donnent pas nécessairement les mêmes valeurs de retrait à la température, comme c'est le cas des deux dimensions d'éprouvettes normalisées spécifiées en 6.2.1 et il convient d'éviter de comparer les valeurs obtenues en utilisant différents types d'éprouvette.

6.3 Nombre

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées pour chaque essai.

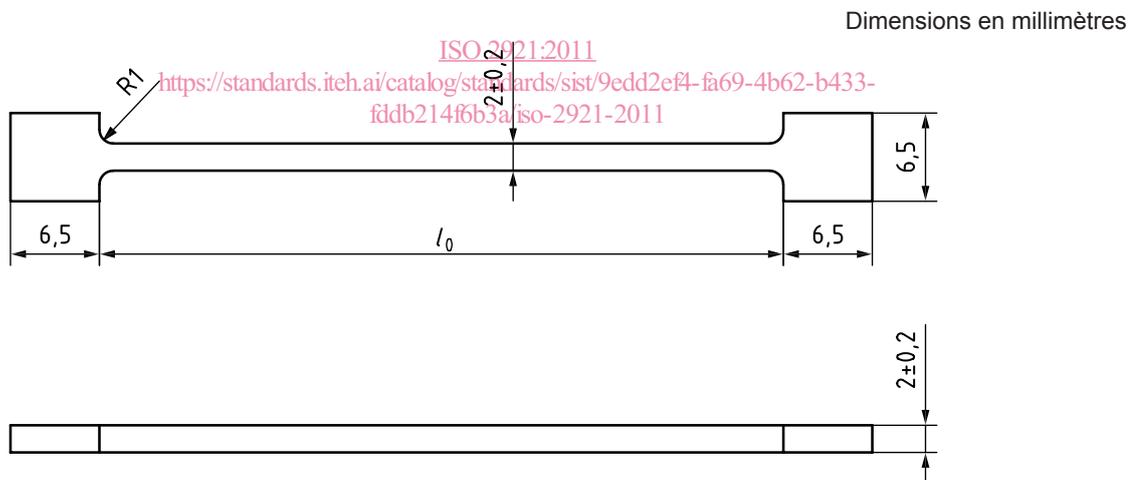


Figure 2 — Éprouvette

6.4 Conditionnement

6.4.1 Sauf spécification contraire pour raisons techniques, les modes opératoires de 6.4.2 à 6.4.5 doivent être suivis.

6.4.2 Le délai entre vulcanisation et essai doit être conforme à l'ISO 23529.

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

6.4.4 Les éprouvettes doivent être conditionnées immédiatement avant essai, à l'une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 23529.

6.4.5 Si des échantillons susceptibles de cristalliser sont exposés à de basses températures de stockage avant l'essai, la cristallisation peut survenir et affecter de manière significative les valeurs TR mesurées. Si l'on désire obtenir des valeurs dans des conditions de non-cristallisation pour le matériau, les éprouvettes doivent être décristallisées avant essai en les chauffant dans une étuve à 70 °C pendant 30 min. Elles doivent ensuite être conditionnées à une température normale de laboratoire pendant au moins 30 min, mais pas au-delà de 60 min.

7 Mode opératoire

Le bain doit contenir suffisamment d'agent de transfert de chaleur (4.2) pour recouvrir les éprouvettes avec au moins 25 mm de liquide pendant l'essai.

Refroidir l'agent de transfert de chaleur, en l'agitant, jusqu'à une température inférieure à -70 °C comme décrit dans l'ISO 23529.

Tandis que le liquide refroidit, insérer les éprouvettes dans le chevalet (4.8) et, à la température normale de laboratoire utilisée, pour chaque éprouvette, étirer la longueur de référence jusqu'à l'obtention de l'allongement choisi, puis la bloquer dans cette position. S'assurer que les éprouvettes sont maintenues étirées uniquement à la température normale de laboratoire durant un temps minimal.

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

- ITeH STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)
- a) si des raisons techniques ne s'y opposent pas et afin de réduire l'effet de cristallisation, un allongement de 50 % doit être utilisé;
- b) l'un des allongements suivants doit être utilisé pour étudier l'effet combiné de cristallisation et de basse température: [ISO 2921:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011)
- 1) 250 %, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9edd2ef4-fa69-4b62-b433-fddb214f6b3a/iso-2921-2011>
 - 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 l'agent de transfert de chaleur a atteint une température d'équilibre comprise entre -70 °C et -73 °C, placer le chevalet avec les éprouvettes dans le bain. Maintenir dans le bain pendant 10 min ± 2 min entre -70 °C et -73 °C. Débloquer les mors supérieurs de façon à permettre aux éprouvettes de se rétracter librement. Augmenter en même temps la température du liquide à raison de 1 °C/min, la tolérance étant telle que la montée en température pendant tout intervalle de 10 min soit de 10 °C ± 2 °C.

Si l'éprouvette étirée se rétracte à sa longueur initiale à -70 °C, refroidir à une température plus basse en utilisant, si nécessaire, un autre agent de transfert de chaleur.

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

Pour étudier les effets de la cristallisation ou l'effet d'une exposition à long terme, de plus longues durées d'exposition sous contrainte à au moins une des basses températures choisies peuvent être utilisées en fonction du but de l'essai et du matériau examiné.

NOTE Des allongements différents ne donnent pas nécessairement les mêmes résultats.