
**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 812:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00114875-bc02-4c6b-a3a2-ddf23ed61057/iso-812-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 812:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00114875-bc02-4c6b-a3a2-ddf23ed61057/iso-812-2011>



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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Appareillage et matériels	2
5 Étalonnage	4
6 Éprouvettes	4
7 Délai entre fabrication et essai	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Mode opératoire A (détermination de la température de fragilité)	5
8.2 Mode opératoire B (détermination de la température de fragilité à 50 %)	5
8.3 Mode opératoire C (essai à température spécifiée)	7
9 Fidélité	7
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Étalonnage de la vitesse d'un appareillage d'essai de choc à basse température à commande par solénoïde	8
Annexe B (normative) Programme d'étalonnage	11
Annexe C (informative) Fidélité	13

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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 812:2006), qui a fait l'objet d'une révision technique, principalement pour ajouter une annexe (Annexe B) spécifiant un programme d'étalonnage de l'appareillage d'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00114875-bc02-4c6b-a3a2-ddf23ed61057/iso-812-2011>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme 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 la génération de déchets, susceptibles de constituer un danger environnemental localisé. Il convient de se référer à la documentation appropriée relative à la manipulation et à l'élimination de ces substances en toute sécurité après utilisation.

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 pas de rupture fragile, ou de la température à laquelle la moitié des éprouvettes utilisées lors d'un essai sont détériorées, lorsqu'elles sont soumises à un choc dans des conditions spécifiées.

Les températures ainsi déterminées ne correspondent pas forcément à la température minimale à laquelle 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.

Trois modes opératoires sont décrits:

- 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 18899, *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 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 aucune des éprouvettes d'un jeu ne se détériore, du fait de la fragilité à basse température, lorsqu'elles sont soumises à essai dans des conditions spécifiées

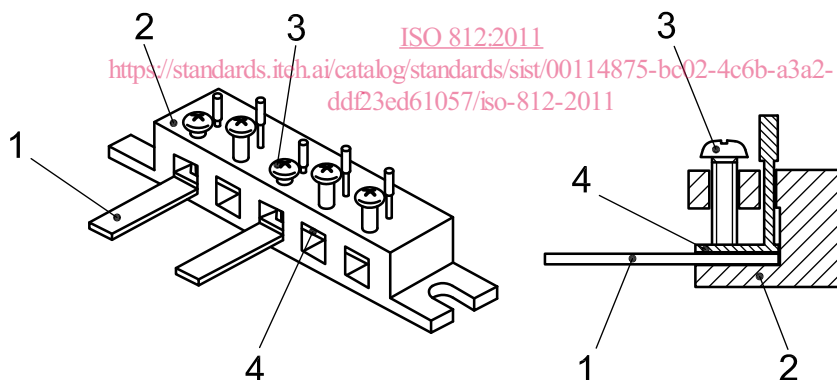
3.2 température de fragilité à 50%
température à laquelle 50 % des éprouvettes d'un jeu se détériore, du fait de la fragilité à basse température, lorsqu'elles sont soumises à essai dans des conditions spécifiées

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

4 Appareillage et matériels

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 être rigide et 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 ne 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

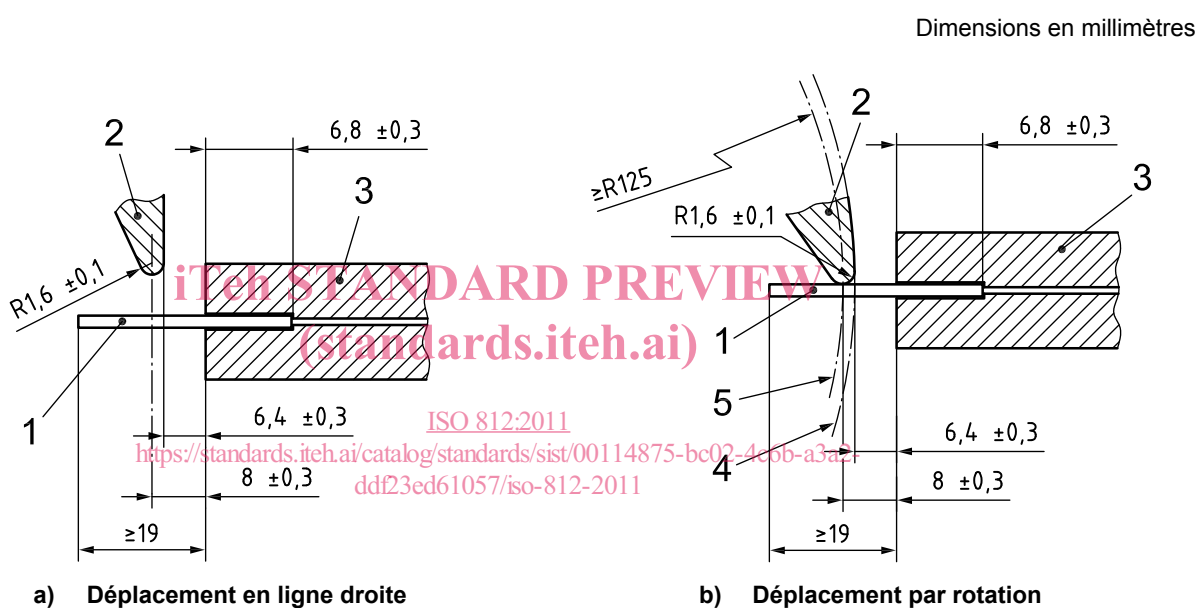
4.1.2 Le bord du corps de frappe doit se déplacer suivant une trajectoire normale à la face supérieure de la ou les éprouvette(s) à une vitesse d'essai linéaire de $2,0 \text{ m/s} \pm 0,2 \text{ m/s}$ au moment du choc. Cette vitesse doit être maintenue sur un trajet d'au moins 6 mm après le choc.

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 dimensions principales de l'appareillage [voir Figures 2a) et 2b)] doivent être comme suit:

- le bord du 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 bord du corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette doit être de $8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$;
- la longueur de serrage de la mâchoire de serrage de l'éprouvette doit être de $6,8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$.

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, ou se déplace en ligne droite, actionné par un solénoïde, par la gravité ou par un ressort. Une méthode d'étalonnage de la vitesse d'un appareil à basse température à commande par solénoïde est donnée dans l'Annexe A.



Légende

- éprouvette
- corps de frappe
- mâchoire de serrage de l'éprouvette
- trajectoire du point du corps de frappe le plus rapproché de la mâchoire de serrage
- trajectoire du point d'impact sur le corps de frappe

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

4.2 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, comme spécifié dans l'ISO 23529.

Des gaz peuvent être utilisés comme milieu caloporteur pourvu que la conception de l'appareillage soit telle que les résultats obtenus en les utilisant reproduisent ceux obtenus avec des liquides.

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 d'environ $5 \text{ mm}^2/\text{s}$ à température ambiante, en raison de leur inertie chimique vis-à-vis des caoutchoucs, de leur inflammabilité et de leur non-toxicité;

- b) pour des températures allant jusqu'à $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'éthanol;
- c) pour des températures allant jusqu'à $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$, le méthylcyclohexane refroidi à l'azote liquide (s'est avéré satisfaisant utilisé avec un appareillage approprié).

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

L'indicateur de température doit être placé à côté des éprouvettes.

4.4 Commande de la température, capable de maintenir la température du milieu caloporteur à $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.5 Récipient pour le milieu caloporteur. Un bain pour un milieu liquide, ou une enceinte d'essai pour un milieu gazeux, avec un moyen de chauffage du milieu caloporteur.

4.6 Dispositif d'agitation du milieu caloporteur. Un agitateur pour les liquides, ou un ventilateur ou une soufflante pour les gaz, assurant 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 tout autre dispositif de mesurage du temps, étalonné en secondes.

5 Étalonnage

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

6 Éprouvettes

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les éprouvettes doivent être

- soit de type A bandes ayant une longueur de 26 mm à 40 mm , une largeur de $6\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ et une épaisseur de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$,
- soit de type B éprouvettes ayant une épaisseur de $2,0\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$ et une forme et des dimensions conformes à la Figure 3.

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 23529. Elles 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 massicots à deux lames parallèles bien tranchantes, d'un seul coup de lame. La bande ainsi formée est alors coupée à la bonne longueur.

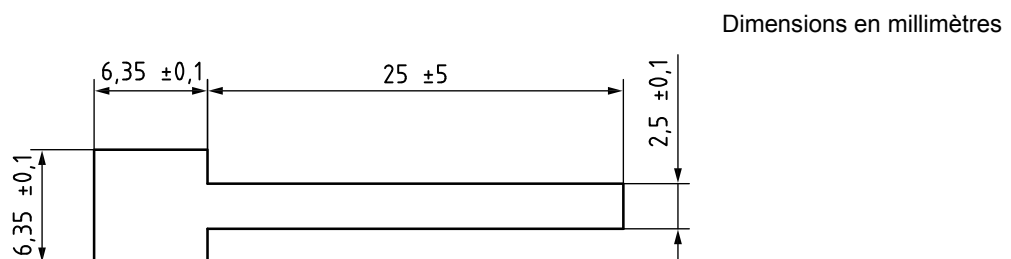


Figure 3 — Éprouvette de type B

7 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.

8 Mode opératoire

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

8.1.1 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 caloporteur liquide, placer une quantité suffisante de liquide dans le réservoir pour que la ou les éprouvettes soient recouvertes d'environ 25 mm de liquide au moins. Refroidir la mâchoire de serrage en la plongeant dans le bain ou dans l'enceinte d'essai refroidis.

8.1.2 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 également l'ISO 23529).

NOTE 1 Pour les matériaux très souples, il peut être nécessaire d'utiliser un dispositif permettant de maintenir l'éprouvette horizontale jusqu'à juste avant de relâcher le corps de frappe.

La longueur libre de ou les éprouvette(s) doit être supérieure à 19 mm.

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

Il est essentiel de bien serrer la mâchoire. La mâchoire doit être serrée de sorte que chaque éprouvette soit maintenue avec approximativement le même couple de serrage.

NOTE 2 Il a été remarqué que le couple de serrage peut affecter la température de détérioration de l'éprouvette. Il est conseillé de serrer à un couple de 0,15 N·m à 0,25 N·m.

8.1.3 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.

8.1.4 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.

8.1.5 Répéter l'essai à une série de 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 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 étant la température de fragilité.

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

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

8.2.1 Effectuer le mode opératoire décrit de 8.1.1 à 8.1.4, à l'exception de la température de démarrage qui est celle attendue pour 50 % de détérioration.

8.2.2 Si toutes les éprouvettes se détériorent à la température de démarrage, augmenter la température de 10 °C et répéter l'essai. Si aucune éprouvette n'est détériorée, abaisser la température de 10 °C et répéter l'essai. Augmenter ou abaisser la température par paliers de 2 °C et répéter l'essai jusqu'à ce que la température la plus basse à laquelle aucune éprouvette ne se détériore et la température la plus élevée à laquelle toutes les éprouvettes sont détériorées 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 8.2.3 ou par la méthode graphique décrite en 8.2.4.

8.2.3 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

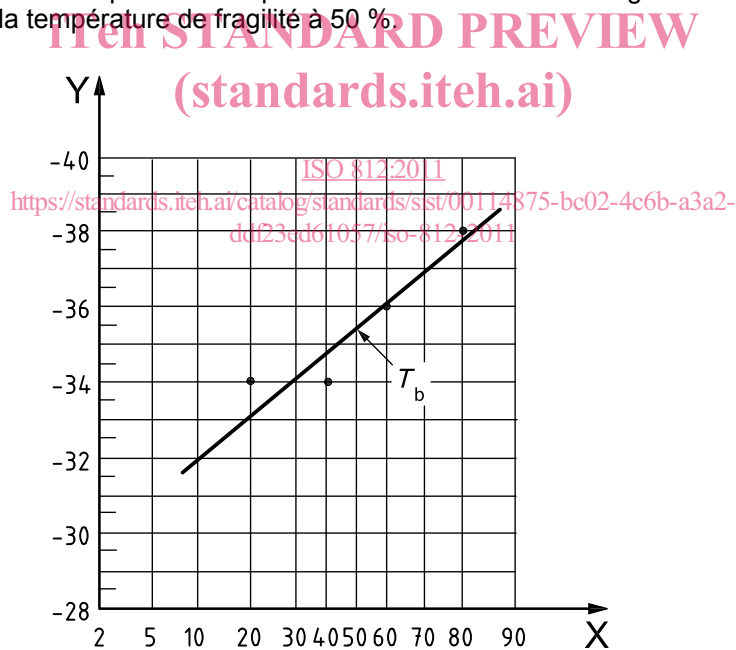
T_b est la température de fragilité à 50 % (°C);

T_h est la température la plus élevée à laquelle toutes les éprouvettes se détériorent (°C);

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

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

8.2.4 Méthode graphique. En fonction du nombre d'éprouvettes détériorées à chaque température, calculer le pourcentage d'éprouvettes détériorées à chaque température. Ensuite, à l'aide du papier à échelle fonctionnelle normale comme présenté à la Figure 4, placer les points de température sur l'échelle linéaire en fonction du pourcentage d'éprouvettes détériorées sur l'axe des probabilités et tracer la ligne droite qui offre le meilleur lissage des points. La température au point d'intersection de ladite ligne droite et de la ligne des probabilités à 50 % est T_b , la température de fragilité à 50 %.



Légende

X pourcentage de détériorations (%)

Y température (°C)

Figure 4 — Détermination de la température de fragilité à 50 %, T_b , par la méthode graphique

8.3 Mode opératoire C (essai à température spécifiée)

8.3.1 Effectuer le mode opératoire comme décrit de 8.1.1 à 8.1.4, à l'exception de la température d'essai, qui est celle de la spécification ou de la classification du matériau.

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

9 Fidélité

Voir l'Annexe C.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) détails relatifs à l'échantillon:
- 1) une description complète de l'échantillon et son origine;
 - 2) la méthode de préparation des éprouvettes à partir de l'échantillon, par exemple moulées ou découpées;
- b) méthode d'essai: iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
- 1) une référence complète à la méthode d'essai utilisée, c'est-à-dire le numéro de la présente Norme internationale;
 - 2) le mode opératoire utilisé, A, B ou C, [ISO 812:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00114875-bc02-4c6b-a3a2-ddf23ed61057/iso-812-2011)
 - 3) le type d'éprouvette utilisé. [ddf23ed61057/iso-812-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00114875-bc02-4c6b-a3a2-ddf23ed61057/iso-812-2011)
- c) détails relatifs à l'essai:
- 1) le milieu caloporteur utilisé et le type de matériel d'essai utilisé;
 - 2) la température de laboratoire;
 - 3) la durée et la température de conditionnement avant l'essai;
 - 4) la ou les température(s) d'essai;
 - 5) des détails relatifs aux modes opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale.
- d) résultats d'essai:
- 1) le nombre d'éprouvettes utilisées, et le nombre d'éprouvettes soumises au choc à chaque percussion;
 - 2) dans le cas du mode opératoire A ou B, la température de fragilité ou la température de fragilité à 50 %, respectivement;
 - 3) dans le cas du mode opératoire C, le comportement satisfaisant ou non du matériau.
- e) date de l'essai.