



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 1432

ISO/TC 45/SC 2

Secrétariat: JISC

Début de vote
2011-04-12

Vote clos le
2011-09-12

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la rigidité à basse température (Essai Gehman)

Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of low-temperature stiffening (Gehman test)

[[Révision de la troisième édition (ISO 1432:1988) et de l'ISO 1432:1988/Cor.1:2003]

ICS 83.060

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb641669-a233-4d93-aed1-99d172dbb8a0/iso-1432-2013>

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITE COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb641669-a233-4d93-aed1-99d172dbb8a0/iso-1432-2013>

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	1
5 Etalonnage	2
6 Eprouvette	3
6.1 Préparation des éprouvettes	3
6.2 Conditionnement des éprouvettes	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Montage de l'éprouvette	3
7.2 Mesurages de la rigidité en milieu liquide, instruments manuels	3
7.3 Mesurages de la rigidité en milieu liquide, instruments automatiques	4
7.4 Mesurages de la rigidité en milieu gazeux	5
7.5 Cristallisation	5
8 Nombre d'essais	5
9 Expression des résultats	5
9.1 Courbe angle de torsion fonction de la température	5
9.2 Module de torsion	6
9.3 Module relatif	6
9.4 Module apparent de rigidité en torsion	6
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Programme d'étalonnage	11
A.1 Vérification	11
A.2 Programme	11
A.3 Etalonnage du fil de torsion	12
Bibliographie	14

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 1432 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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1432:1988), qui a fait l'objet d'une révision technique pour permettre l'utilisation d'instruments automatiques informatisés et également d'incorporer le Corrigendum Technique 1 de 2003.

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la rigidité à basse température (Essai Gehman)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 34 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 de la présente partie de l'ISO 34 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.

ATTENTION — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente Norme internationale peuvent impliquer l'utilisation ou l'élaboration de substances ou bien la production de déchets pouvant constituer un risque pour l'environnement local. Il convient de faire référence à une documentation appropriée relative à la manipulation en toute sécurité et à la mise au rebut après l'emploi.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire statique, connu sous le nom d'essai Gehman, pour la détermination des caractéristiques de rigidité relative des caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques sur une large gamme de températures, à partir de la température ambiante jusqu'à environ -150 °C..

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 18899:2004, *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

La rigidité en torsion est mesurée en fonction de la température, en commençant à basse température. La rigidité est mesurée en reliant l'éprouvette en série avec un fil pour ressort étalonné et en mesurant l'angle de torsion de l'éprouvette lorsque l'extrémité supérieure du fil a fait une rotation de 180°.

4 Appareillage

4.1 Appareil de torsion, constitué par une tête de torsion, pouvant être tournée de 180° dans un plan perpendiculaire au fil de torsion. L'extrémité supérieure du fil est fixée à la tête de torsion. L'extrémité inférieure du fil est rattachée au demi-raccord. Un dispositif pour l'indication ou l'enregistrement d'un angle « sans frottement » par moyens mécaniques ou électriques doit être prévu, permettant un réglage facile et précis du zéro. Le système d'indication ou d'enregistrement doit permettre de lire ou d'enregistrer l'angle de torsion au degré le plus proche. Il est souhaitable de réaliser la partie verticale du support en un matériau ayant une faible conductibilité thermique. La base du support doit être en acier inoxydable ou en tout autre matériau résistant à la corrosion. Le principe est représenté à la Figure 1.

4.2 Fils de torsion, réalisés à partir d'un fil trempé pour ressort, de 65 mm ± 8 mm de longueur, et ayant des constantes de torsion de 0,7 mN.m, 2,8 mN.m et 11,2 mN.m.

Le fil ayant la constante de torsion de 2,8 mN.m doit être considéré comme fil de référence.

4.3 Couvercle porte-éprouvettes, réalisé à partir d'un matériau de faible conductibilité thermique, prévu pour maintenir l'éprouvette en position verticale dans le milieu caloporteur. Le couvercle porte-éprouvette peut être construit de façon à pouvoir maintenir plusieurs éprouvettes. Le couvercle est fixé sur le support.

Deux mâchoires doivent être prévues pour maintenir chaque éprouvette. La mâchoire inférieure doit être solidaire du couvercle porte-éprouvettes.

La mâchoire supérieure constitue une prolongation de l'éprouvette et ne doit pas toucher le couvercle. La mâchoire supérieure est reliée au fil de torsion par une tige.

4.4 Milieu caloporteur, liquide ou gazeux, qui reste fluide à la température d'essai et qui n'affecte pas de façon sensible les produits soumis à essai comme spécifié dans l'ISO 23529.

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

Les fluides suivants ont été utilisés de façon satisfaisante :

- a) Pour des températures jusqu'à - 60°C, fluides silicones de viscosité cinématique d'environ 5 mm²/s à température ambiante, qui sont habituellement appropriés en raison de leur inertie chimique vis-à-vis des caoutchoucs, de leur non-inflammabilité et de leur non-toxicité ;
- b) Pour des températures jusqu'à - 73 °C, éthanol ;
- c) Pour des températures jusqu'à - 120 °C, méthylcyclohexane refroidi par azote liquide (s'est avéré satisfaisant avec l'utilisation d'appareil approprié).

4.5 Dispositif de mesurage de la température, capable de mesurer la température à 0,5 °C près sur toute la gamme de températures pour laquelle l'appareil est utilisé.

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

4.6 Régulateur de température, permettant de maintenir la température du milieu caloporteur à ±1°C près.

4.7 Réservoir pour milieu caloporteur, un bain pour milieu liquide, ou une chambre d'essai pour milieu gazeux, avec les moyens de réchauffer le liquide réfrigérant.

4.8 Agitateur, pour les liquides, ou **ventilateur**, ou **dispositif d'insuflation**, pour les gaz, assurant une circulation efficace du milieu caloporteur. Il est important que l'agitateur déplace également le liquide verticalement pour assurer une température uniforme dans le liquide.

4.9 Chronomètre, ou tout autre dispositif de mesurage du temps, gradué en secondes.

5 Etalonnage

Les exigences pour l'étalonnage de l'appareillage d'essai sont données dans l'Annexe A.

6 Epreuve

6.1 Préparation des éprouvettes

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

Les dimensions de l'éprouvette doivent être de $40 \text{ mm} \pm 2,5 \text{ mm}$, $3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ et $2 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$. Elle doit être moulée ou découpée à l'aide d'un emporte-pièce approprié, à partir d'une feuille vulcanisée d'épaisseur convenable.

6.2 Conditionnement des éprouvettes

6.2.1 Le temps minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

Pour des essais effectués sur des éprouvettes provenant de produits bruts, le temps maximal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines et, pour des évaluations destinées à être comparées, il convient d'effectuer les essais après le même intervalle de temps, dans toute la mesure du possible.

Pour des essais réalisés sur des articles manufacturés, chaque fois que c'est possible, le temps entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas être supérieur à 3 mois. Dans les autres cas, les essais doivent être effectués dans les 2 mois qui suivent la date de réception du produit par le client.

6.2.2 Les échantillons et les éprouvettes doivent, dans toute la mesure du possible, être protégés de la lumière durant l'intervalle entre vulcanisation et essai.

6.2.3 Les éprouvettes préparées doivent être conditionnées conformément à l'ISO 23529 immédiatement avant l'essai pendant au moins 3 h à température normale de laboratoire, une température identique devant être adoptées pour les essais d'une même série ou pour des essais dont on désire comparer les résultats.

7 Mode opératoire

7.1 Montage de l'éprouvette

Fixer chacune des éprouvettes utilisées de façon que sa longueur libre entre mâchoires soit de $25 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$. Le demi-raccord doit être situé, par rapport à un point de référence du couvercle du porte-éprouvettes, dans une position telle que l'éprouvette se trouve sous un angle de torsion nul ou avec une légère charge initiale pour maintenir l'éprouvette droite quand la température change.

Si le module absolu est exigé, mesurer la longueur d'essai des éprouvettes aux 0,5 mm les plus proches, la largeur aux 0,1 mm les plus proches et l'épaisseur aux 0,01 mm les plus proches.

7.2 Mesurages de la rigidité en milieu liquide, instruments manuels

Placer le couvercle porte-éprouvettes maintenant les éprouvettes dans le bain liquide de façon que 25 mm de liquide recouvrent les éprouvettes. Régler ensuite la température du bain à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Relier l'une des éprouvettes à la tête de torsion au moyen du demi-raccord et du fil de référence (2,8 mNm).

Veiller, au moment où l'on relie les demi-raccords, à ce que le demi-raccord ne se déplace pas de la position zéro. La tête de torsion doit également être maintenue dans la position zéro pendant que l'on relie les deux demi-raccords. Pour des mesurages effectués à température ambiante, il n'est pas nécessaire d'utiliser les pièces d'écartement qui servent à maintenir du jeu entre le couvercle porte-éprouvettes et le demi-raccord solidaire de la mâchoire.

NOTE Un jeu entre le haut du couvercle porte-éprouvettes et le demi-raccord est assuré en insérant, entre les deux, des pièces minces d'écartement. Des pièces en matière plastique stratifiée, avec une fente, d'environ 1,3 mm d'épaisseur et d'environ 12 mm de largeur, ont été jugées satisfaisantes. Aux basses températures, les éprouvettes se raidissent et les pièces d'écartement peuvent être enlevées sans modifier le jeu.

Régler le dispositif d'indication ou d'enregistrement de l'angle au zéro. Faire tourner ensuite la tête de torsion rapidement, mais avec douceur, de 180° et enregistrer l'angle de torsion après un temps de 10 s. Si la lecture à 23 °C ne se trouve pas dans la gamme de 120° à 170°, le fil de torsion de référence ne convient pas pour l'essai de l'éprouvette. Les éprouvettes donnant des angles de torsion supérieurs à 170° doivent être soumises à essai avec un fil dont la constante de torsion est de 0,7 mNm. Les éprouvettes donnant des angles de torsion inférieurs à 120° doivent être essayées avec un fil dont la constante de torsion est de 11,2 mNm.

Remettre la tête de torsion dans sa position initiale et détacher l'éprouvette de cette dernière.

Faire ensuite tourner le couvercle porte-échantillons pour amener l'éprouvette suivante en position de mesure.

NOTE On utilise actuellement des appareils dans lesquels le couvercle est immobile, tandis que la tête de torsion est mobile et peut être mise en position alternativement sur chacune des éprouvettes.

Mesurer toutes les éprouvettes montées sur support à 23 °C ± 2 °C.

Insérer les pièces d'écartement entre le couvercle porte-échantillons et le demi-raccord. Retirer les éprouvettes du bain liquide et régler la température du liquide à la plus basse température prévue. Remettre les éprouvettes dans le bain et les maintenir à cette température pendant environ 15 min. Retirer ensuite une pièce d'écartement et procéder au mesurage sur une éprouvette comme cela a été fait à 23 °C. Remettre la pièce d'écartement dans sa position initiale après avoir soumis l'éprouvette à essai. Mesurer de cette façon toutes les éprouvettes montées sur support, en prenant soin que le mesurage de chaque éprouvette soit réalisé en environ 2 min.

NOTE Le déplacement de la pièce d'écartement peut souvent contribuer à modifier la position de l'aiguille indicatrice par rapport au cadran gradué; pour cette raison, régler la position de l'aiguille indicatrice au zéro après avoir retiré la pièce d'écartement.

Élever ensuite la température du bain selon l'une des deux méthodes suivantes :

- a) progressivement, par intervalles de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée en environ 5 min ;
- b) de façon continue, à un taux d'échauffement de 1 °C/min.

Effectuer le mesurage de la rigidité, dans le cas d'élévation par paliers, après conditionnement des éprouvettes durant 5 min à chaque température et, dans le cas d'élévation continue, à des intervalles de 5 min. Poursuivre ensuite les essais jusqu'à ce que soit atteinte une température à laquelle l'angle de torsion soit de 5° à 10° inférieur à l'angle de torsion mesuré à 23 °C.

7.3 Mesurages de la rigidité en milieu liquide, instruments automatiques

Effectuer le mesurage de référence avec le fil de torsion de référence (2,8 mNm) à 23 °C, soit dans l'air ou dans le bain liquide.

Si l'essai est réalisé dans le liquide, placer le couvercle porte-échantillons maintenant les éprouvettes dans le bain liquide de façon que 25 mm de liquide recouvrent les éprouvettes.

Régler le dispositif d'indication ou d'enregistrement de l'angle au zéro. Faire tourner ensuite la tête de torsion rapidement, mais avec douceur, de 180° et enregistrer l'angle de torsion après un temps de 10 s. Si la lecture à 23 °C ne se trouve pas dans la gamme de 120° à 170°, le fil de torsion de référence ne convient pas pour l'essai de l'éprouvette. Les éprouvettes donnant des angles de torsion supérieurs à 170° doivent être soumises à essai avec un fil dont la constante de torsion est de 0,7 mN.m. Les éprouvettes donnant des angles de torsion inférieurs à 120° doivent être essayées avec un fil dont la constante de torsion est de 11,2 mN.m.

Si le mesurage de référence a été effectué dans le liquide, retirer les éprouvettes du bain liquide et régler la température du liquide à la plus basse température prévue. Remettre les éprouvettes dans le bain et les maintenir à cette température pendant environ 15 min.

Élever ensuite la température de façon continue, à un taux d'échauffement de 1 °C/min.

Effectuer le mesurage de la rigidité à intervalles réguliers de 1 min. Poursuivre ensuite les essais jusqu'à ce que soit atteinte une température à laquelle l'angle de torsion soit de 5° à 10° inférieur à l'angle de torsion mesuré à 23 °C.

Le module relatif peut être tracé dans un graphique pendant l'essai.

7.4 Mesurages de la rigidité en milieu gazeux

7.4.1 Généralités

Les modes opératoires dans l'air, dans le dioxyde de carbone ou dans l'azote diffèrent de celui en milieu liquide, uniquement par le fait que le refroidissement est réalisé en maintenant les éprouvettes dans le milieu gazeux et que la durée de conditionnement est différente.

7.4.2 Élévation de la température par paliers

L'éprouvette étant dans la chambre d'essai, régler la température de cette dernière à la plus basse température prévue, en environ 30 min. Après que cette température ait été maintenue constante pendant 10 min, effectuer les mesurages de la même façon que dans le cas du milieu liquide, en s'assurant que toutes les éprouvettes du couvercle porte-éprouvettes soient soumises à essai en 2 min.

Élever la température de la chambre d'essai par intervalles de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée en environ 10 min, et effectuer les mesurages de la rigidité après conditionnement de l'éprouvette durant 10 min à chaque température.

7.4.3 Elévation continue de la température

L'éprouvette étant dans la chambre d'essai, régler la température de cette dernière à la plus basse température prévue, par l'application d'un programme de temporisation linéaire, de préférence à une vitesse de 3 °C/min. Après que cette température aura été atteinte, élever la température de façon linéaire à une vitesse de 1 °C/min. Effectuer les mesurages de l'angle de torsion à des intervalles de 5 °C.

7.5 Cristallisation

Lorsqu'on désire procéder à des études de cristallisation ou à des études d'effets de plastifiants, il convient de prolonger la durée de conditionnement à la température prévue.

8 Nombre d'essais

Au moins trois éprouvettes de chaque matériau doivent être soumises à essai. Il est de pratique courante d'inclure un caoutchouc de contrôle ayant des caractéristiques de torsion-température connues.

9 Expression des résultats

9.1 Courbe angle de torsion fonction de la température

Tracer un graphique des angles de torsion de l'éprouvette en fonction de la température.