
Norme internationale



1432

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

Caoutchouc vulcanisé — Rigidité à basse température (essai Gehman) — Détermination

Rubber, vulcanised — Low temperature stiffening (Gehman test) — Determination

Deuxième édition — 1982-12-15

CDU 678.4/.7.063 : 678.01 : 539.414

Réf. n° : ISO 1432-1982 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai à base température, essai de rigidité.

Prix basé sur 6 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 1432 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*. La première édition (ISO 1432-1976) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R. F.	France	Pologne
Australie	Grèce	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suède
Brésil	Inde	Suisse
Canada	Iran	Tchécoslovaquie
Colombie	Israël	Thaïlande
Corée, Rép. de	Italie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
Espagne	Pays-Bas	USA

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 1432-1976, incorpore le projet d'amendement 1, qui a été soumis aux comités membres en janvier 1980 et qui a été approuvé par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Royaume-Uni
Allemagne, R. F.	Finlande	Sri Lanka
Autriche	Hongrie	Suède
Belgique	Inde	Suisse
Brésil	Italie	Thaïlande
Chine	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	USA
Danemark	Pologne	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada
France

Caoutchouc vulcanisé — Rigidité à basse température (essai Gehman) — Détermination

0 Introduction

Cette seconde édition de l'ISO 1432 diffère de la première par le fait qu'il est prévu une élévation de température continue, ainsi que par paliers, et une température minimale de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ au lieu de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un procédé statique, connu sous le nom d'essai Gehman, de détermination des caractéristiques de rigidité relative des caoutchoucs vulcanisés, sur une large gamme de température, à partir de la température ambiante jusqu'à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ environ.

2 Appareillage¹⁾

2.1 Appareillage de torsion, dont une variante possible est indiquée à la figure. Il est constitué par une tête de torsion (A) pouvant être tournée de 180°C dans un plan perpendiculaire au fil de torsion (B). L'extrémité supérieure du fil est fixée à la tête de torsion et à travers une gaine (C), ne touchant pas le fil. L'extrémité inférieure du fil est rattachée au demi-raccord (D) solidaire de la mâchoire de l'éprouvette au moyen d'un demi-raccord à vis (E). Un dispositif pour l'indication ou l'enregistrement d'un angle «sans frottement» par moyens mécaniques ou électriques permet un ajustement facile et exact du zéro; l'appareil représenté à la figure comporte une aiguille indicatrice (F) et un cadran gradué mobile (G) réalisant ces fonctions. Le système d'indication ou d'enregistrement devrait permettre de lire ou d'enregistrer l'angle de torsion au degré le plus proche. L'appareil de torsion est fixé sur un support (H). 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.

2.2 Fils de torsion (B), réalisés à partir d'un fil trempé pour ressort, de longueur $65 \pm 8\text{ mm}$, et ayant des constantes de torsion de 0,7 — 2,81 et 11,24 mN·m.

Le fil ayant la constante de torsion de 2,81 mN·m doit être considéré comme fil de référence.

2.3 Couvercle porte-éprouvettes (I), réalisé à partir d'un matériau de faible conductibilité thermique, prévu pour maintenir l'éprouvette (J) en position verticale dans le milieu de transfert calorifique. Le couvercle porte-éprouvette peut être construit de façon à pouvoir maintenir plusieurs éprouvettes²⁾. Le couvercle est fixé sur le support (H).

Deux mâchoires doivent maintenir chaque éprouvette. La mâchoire inférieure (K) est solidaire du couvercle porte-éprouvettes. La mâchoire supérieure (L) constitue une prolongation de l'éprouvette et ne doit pas toucher le couvercle³⁾. La mâchoire supérieure est reliée d'une manière rigide au demi-raccord (D), lequel est à son tour rattaché au demi-raccord à vis (E) du fil de torsion.

2.4 Appareil de mesure de la température, capable de mesurer la température avec une précision de $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ sur toute la gamme de température pour laquelle l'appareil doit être utilisé.

L'élément sensible doit être placé à proximité d'une éprouvette, à égale distance entre le haut et le bas.

2.5 Milieu de transfert de chaleur, qui peut être liquide ou gazeux. Tout produit qui reste fluide à la température de l'essai et qui n'affecte pas les produits en essai, peut être utilisé. Parmi les liquides qui ont été jugés satisfaisants pour être utilisés à basse température figurent l'acétone, le méthanol, l'éthanol, le butanol, les fluides à la silicone et le *n*-hexane. L'air, le dioxyde de carbone et l'azote sont les milieux gazeux couramment utilisés.

Les vapeurs d'azote liquide sont appropriées pour des essais à très basses températures.

Toutefois, il convient de noter que les mesurages de rigidité effectués effectués dans les milieux gazeux peuvent ne pas donner, dans tous les cas, les mêmes résultats que les mesurages effectués dans le milieu liquide.

1) L'appareillage et son mode d'emploi sont décrits dans «Low temperature characteristics of elastomers», GEHMAN, S. D.; WOODFORD, D. E. and WILKINSON, C. S., *Ind. and Eng. Chem.*, Vol. 39, Sept. 1947, p. 1108.

2) Des couvercles pour cinq ou dix éprouvettes sont couramment utilisés.

3) Pour assurer un certain jeu entre le haut du couvercle porte-éprouvettes et le demi-raccord (D), il faut insérer, entre les deux, des pièces minces d'écartement. Des pièces en matière plastique stratifiée, avec une fente, d'épaisseur 1,3 mm environ et de largeur 12 mm environ, ont été jugées satisfaisantes. Aux basses températures, les éprouvettes se raidissent, et les pièces d'écartement peuvent être enlevées sans modifier le jeu.

2.6 Régulateur de température, permettant de maintenir la température du milieu de transfert de chaleur avec une précision de $\pm 1,0$ °C.

2.7 Réservoir, pour milieux de transfert de chaleur liquides, ou **chambre d'essai**, pour milieux gazeux.

2.8 Agitateur, pour les liquides, ou **ventilateur**, ou **dispositif d'insufflation**, pour les gaz, assurant une circulation efficace du milieu de transfert de chaleur.

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

3 Éprouvette

3.1 Préparation de l'éprouvette

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

3.2 Conditionnement de l'éprouvette

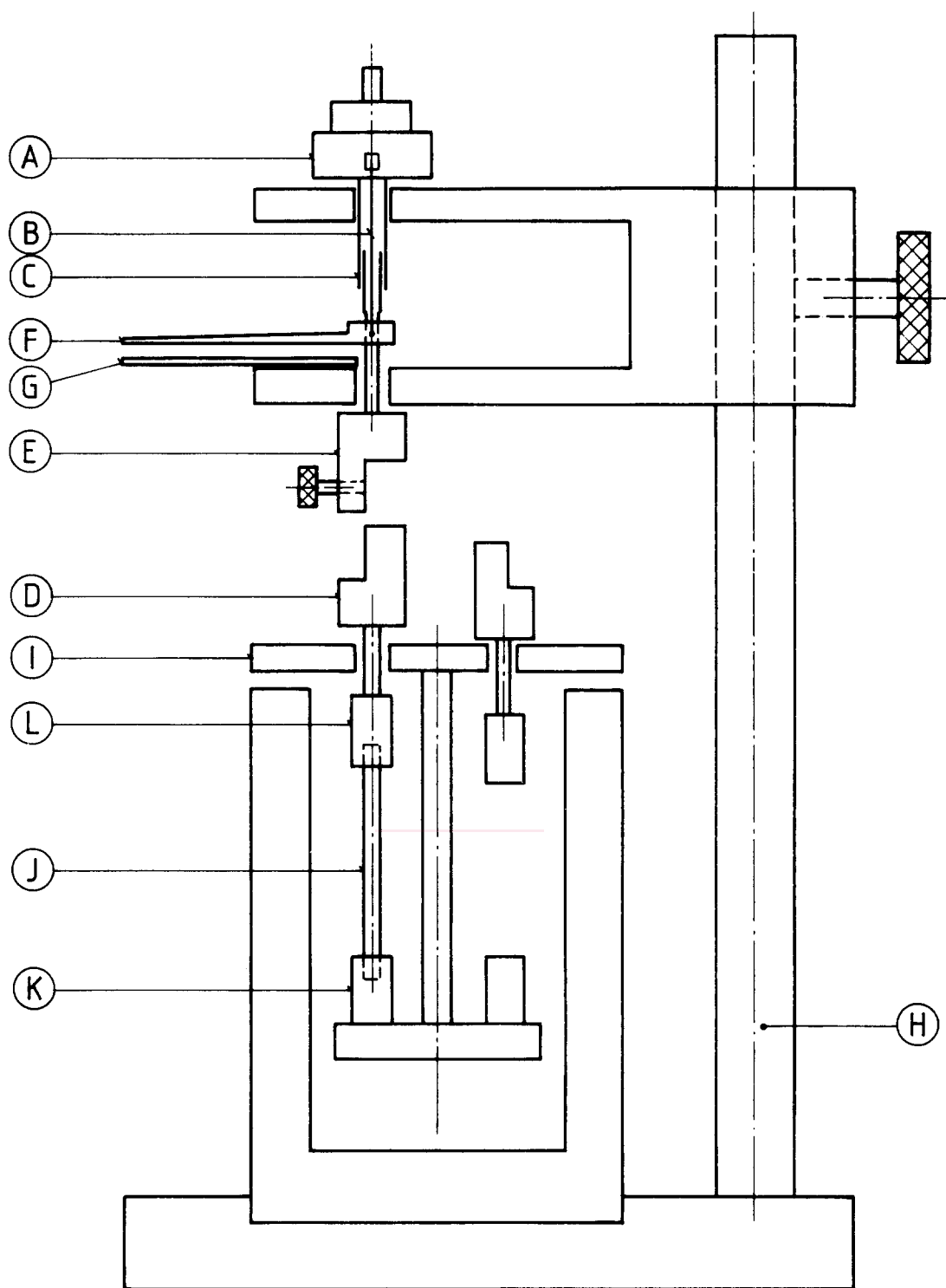
3.2.1 Pour tous les essais, le temps minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

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 effectués 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.

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

3.2.3 Les éprouvettes préparées doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai durant 3 h au moins à la température normale de laboratoire, des températures identiques devant être adoptées pour les essais d'une même série ou pour des essais dont on désire comparer les résultats.



- | | | |
|---------------------|--------------------------|----------------------------------|
| (A) Tête de torsion | (E) Demi-raccord à vis | (I) Couvercle porte-échantillons |
| (B) Fil de torsion | (F) Aiguille indicatrice | (J) Échantillon |
| (C) Gaine | (G) Cadran gradué mobile | (K) Mâchoire inférieure |
| (D) Demi-raccord | (H) Support | (L) Mâchoire supérieure |

Figure — Appareil pour la détermination des caractéristiques de rigidité

4 Mode opératoire

4.1 Calibrage du fil de torsion

Insérer l'une des extrémités du fil de torsion (B) en position verticale dans une mâchoire fixe, et attacher la partie la plus basse du fil exactement au centre longitudinal d'une tige de masse et de dimensions connues. (Il est conseillé d'utiliser une tige de longueur 200 à 250 mm et de diamètre 6,4 mm environ.)

Faire tourner la tige d'un angle ne dépassant pas 90°, puis la libérer. La laisser osciller librement dans un plan horizontal, et noter le temps nécessaire, en secondes, pour qu'elle effectue 20 oscillations. (Une oscillation inclut un balancement d'une extrémité à l'autre et le retour.)

Le moment d'inertie, I , de la tige, exprimé en kilogrammes mètres carrés, est donné par la formule

$$I = \frac{mL^2}{12}$$

où

m est la masse, en kilogrammes, de la tige;

L est la longueur, en mètres, de la tige.

La constante de torsion K , exprimée en newtons mètres, du fil (c'est-à-dire le couple résultant par radian) est donnée par la formule

$$K = 4 \pi^2 \frac{I}{T^2}$$

où T est la période d'une oscillation, en secondes.

Les fils de torsion doivent être calibrés à $\pm 3\%$ de leurs constantes de torsion spécifiées.

4.2 Montage de l'éprouvette

Fixer chacune des éprouvettes utilisées de façon que sa longueur libre entre mâchoires soit de 25 ± 3 mm. Le demi-raccord (D) doit être situé, par rapport à un point de référence du couvercle du porte-éprouvettes (I), dans une position telle que l'éprouvette se trouve sous un angle de torsion nul.

4.3 Mesurage de la rigidité en milieu liquide

Placer le couvercle porte-éprouvettes (I) maintenant les éprouvettes dans le bain liquide de façon que 25 mm de liquide recouvrent les éprouvettes. Relier ensuite la température du bain à 23 ± 2 °C. Relier l'une des éprouvettes à la tête de torsion (A) au moyen du demi-raccord solidaire à vis (E) et du fil de référence.

Veiller, au moment où l'on relie les demi-raccords (D) et (E), à ce que le demi-raccord (D) ne se déplace pas de la position zéro. La tête de torsion (A) doit également être maintenue dans la position zéro pendant que l'on relie les deux demi-raccords. Pour des mesurages effectués à la 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 (D) solidaire de la mâchoire.

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 essayées 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 11,24 mN.m.

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

Faire ensuite tourner le couvercle porte-éprouvettes pour amener l'éprouvette suivante en position de mesurage.¹⁾

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

Insérer les pièces d'écartement entre le couvercle porte-éprouvettes et le demi-raccord (D). 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 durant 15 min environ. Retirer ensuite une pièce d'écartement et procéder au mesurage sur une éprouvette comme cela a été fait à 23 °C.²⁾ Remettre la pièce d'écartement dans sa position initiale après que l'éprouvette a été essayée. Mesurer de cette façon toutes les éprouvettes montées sur support, en prenant soin que le mesurage de chaque éprouvette soit réalisé en 2 min environ.

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

- a) progressivement, par intervalles de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée après 5 min environ;
- 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.

1) 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.

2) 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.

4.4 Mesurage de la rigidité en milieu gazeux

La façon de procéder dans l'air, dans le dioxyde de carbone ou dans l'azote diffère de celle 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.

4.4.1 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 30 min environ. Après que cette température a été maintenue constante durant 10 min, effectuer les mesurages de la même façon que dans le cas du milieu liquide, en prenant soin que le mesurage de chaque éprouvette soit réalisé en 2 min.

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

4.4.2 Élévation 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 temps linéaire, de préférence à un taux de 3 °C/min. Après que cette température a été atteinte, élever la température de façon linéaire à un taux de 1 °C/min.

Effectuer les mesurages de l'angle de torsion à des intervalles de 5 °C.

4.5 Cristallisation

Lorsque l'on désire procéder à des études de cristallisation ou à des études d'effets de plastifiants, la durée de conditionnement à la température prévue doit être prolongée.

5 Nombre d'essais

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

6 Expression des résultats

6.1 Courbe angle de torsion-température

Tracer un graphique en portant les lectures relevées sur le cadran (angles de torsion de l'éprouvette) en fonction de la température.

6.2 Module de torsion

Le module de torsion de l'éprouvette, à une température donnée, est proportionnel à la quantité

$$\frac{180 - \alpha}{\alpha}$$

où α est l'angle de torsion, en degrés, de l'éprouvette.

6.3 Module relatif

Le module relatif, à une température donnée, est le rapport entre le module de torsion à cette température et le module de torsion à 23 °C.

La valeur du module relatif, à une température donnée, est aisément déterminée à partir des angles de torsion correspondant à cette température et à 23 °C, la valeur de ces angles de torsion étant directement lue sur la courbe angle de torsion-température (6.1), et du rapport des valeurs du facteur $(180 - \alpha)/\alpha$ correspondant à ces angles.

Les températures pour lesquelles le module relatif est égal à 2, 5, 10 et 100, respectivement, sont déterminées en consultant le tableau 1 et la courbe angle de torsion-température de l'éprouvette. Dans la première colonne du tableau 1 qui donne les angles degré par degré entre 120 et 170°, on peut relever la valeur correspondante de l'angle de torsion de l'éprouvette à 23 °C.

Les colonnes suivantes donnent les angles de torsion qui correspondent aux valeurs du module relatif de 2, 5, 10 et 100, respectivement. Les températures correspondant à ces angles sont alors lues sur la courbe angle de torsion-température de l'éprouvette, et ces valeurs sont désignées respectivement par T_2 , T_5 , T_{10} et T_{100} .

6.4 Module apparent de rigidité en torsion

Quand on veut calculer le module apparent de rigidité en torsion, en pascals¹⁾, à différentes températures, la longueur libre de l'éprouvette doit être mesurée avec précision.

Le module apparent de rigidité en torsion, G , en pascals, est donné par la formule

$$G = \frac{16 K L (180 - \alpha)}{b d^3 \mu \alpha}$$

où

K est la constante de torsion, en newtons mètres, du fil;

L est la longueur libre mesurée, en mètres, de l'éprouvette;

b est la largeur, en mètres, de l'éprouvette;

d est l'épaisseur, en mètres, de l'éprouvette;

μ est le facteur basé sur le rapport b/d donné dans le tableau 2;

α est l'angle de torsion, en degrés, de l'éprouvette.

1) 1 Pa = 1 N/m²