

NORME INTERNATIONALE

ISO
1432

Troisième édition
1988-12-15



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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

[ISO 1432:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a4a36d3-3f23-4084-97bf-ee079a660059/iso-1432-1988)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a4a36d3-3f23-4084-97bf-
ee079a660059/iso-1432-1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a4a36d3-3f23-4084-97bf-ee079a660059/iso-1432-1988)

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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1432 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1432:1982), dont elle constitue une révision mineure.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit un procédé 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 $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2 Appareillage¹⁾

2.1 Appareil de torsion, dont une variante possible est représentée à la figure 1. Il est constitué par une tête de torsion (A) pouvant être tournée de 180° 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 1 comporte une aiguille indicatrice (F) et un cadran gradué mobile (G) réalisant ces fonctions. Le système d'indication ou d'enregistrement doit 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 $65\text{ mm} \pm 8\text{ mm}$ de longueur, et ayant des constantes de torsion de $0,7\text{ mN}\cdot\text{m}$, $2,81\text{ mN}\cdot\text{m}$ et $11,24\text{ mN}\cdot\text{m}$.

Le fil ayant la constante de torsion de $2,81\text{ mN}\cdot\text{m}$ 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 caloporteur. Le couvercle porte-éprouvette peut être construit de façon à pouvoir maintenir plusieurs éprouvettes.²⁾ 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 couvercle.³⁾ 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 Dispositif de mesurage de la température, capable de mesurer la température avec une précision de $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ sur toute la gamme de températures 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 caloporteur, 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 en milieu gazeux peuvent ne pas donner, dans tous les cas, les mêmes résultats que les mesurages effectués en milieu liquide.

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

2) Des couvercles pour cinq ou 10 éprouvettes sont couramment utilisés.

3) Pour assurer un certain jeu entre le haut du couvercle porte-éprouvettes et le demi-raccord (D), il convient d'insérer, entre les deux, des pièces minces d'écartement. Des pièces en matière plastique stratifiée, avec une fente, d'environ $1,3\text{ mm}$ 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.

2.6 Régulateur de température, permettant de maintenir la température du milieu caloporteur avec une précision de ± 1 °C.

2.7 Réservoir, pour milieu caloporteur liquide, ou **chambre d'essai**, pour milieu gazeux.

2.8 Agitateur, pour les liquides, ou **ventilateur**, ou **dispositif d'insuflation**, pour les gaz, assurant une circulation efficace du milieu caloporteur.

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 mm \pm 2,5 mm, 3 mm \pm 0,2 mm et 2 mm \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 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.

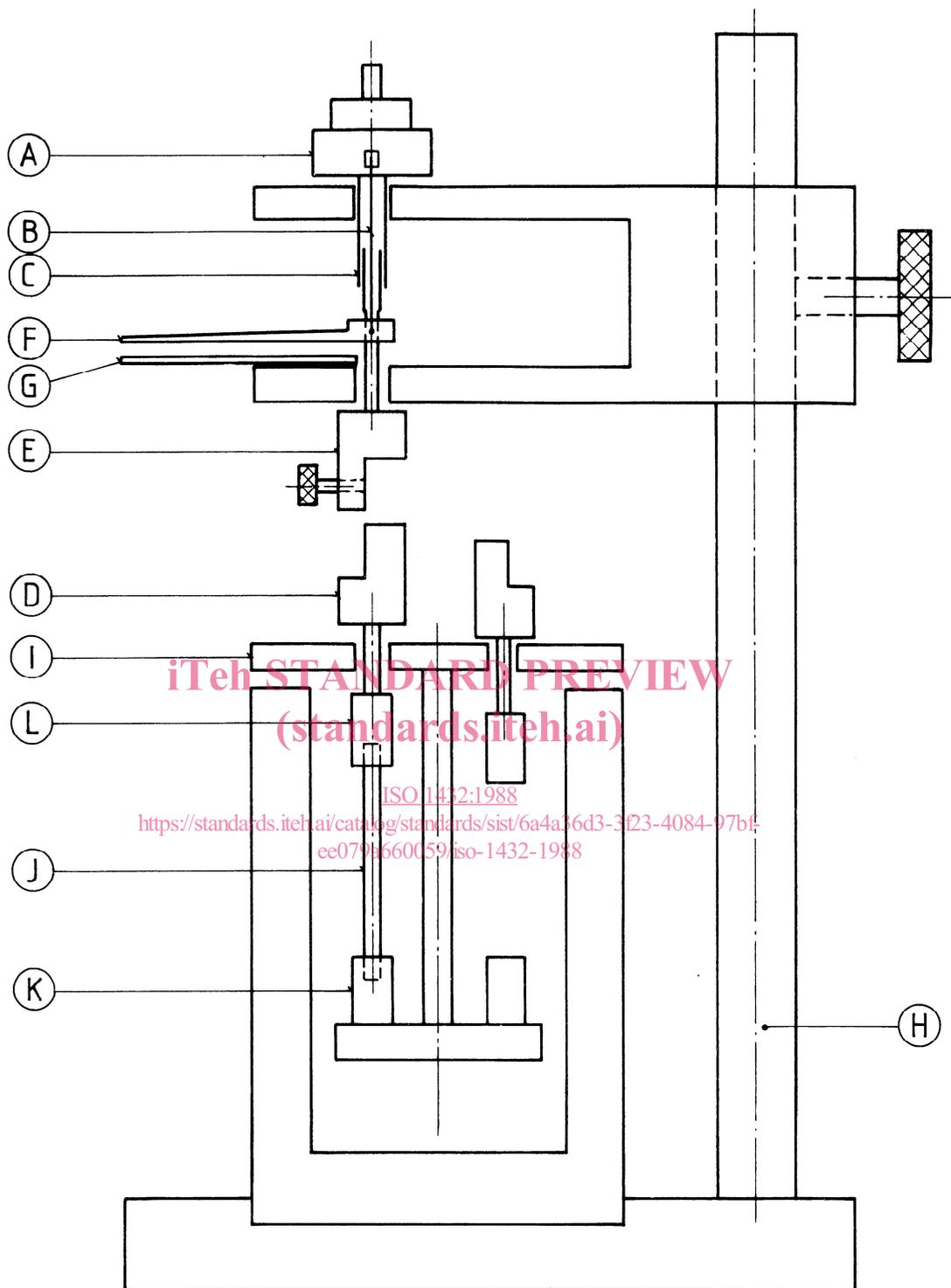
3.2.2 Les échantillons et les éprouvettes doivent, dans toute la mesure du possible, être protégés de la lumière durant l'intervalle entre la vulcanisation et l'essai.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1432:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a4a36d3-3f23-4084-97bf-ee079a660059/iso-1432-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a4a36d3-3f23-4084-97bf-ee079a660059/iso-1432-1988>



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

Figure 1 – 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 la 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 200 mm à 250 mm de longueur et d'environ 6,4 mm de diamètre.)

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 l'équation

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

où

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

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

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

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

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 prescrites.

4.2 Montage de l'éprouvette

Fixer chacune des éprouvettes utilisées de façon que sa longueur libre entre mâchoires soit de 25 mm \pm 3 mm. Le demi-raccord (D) doit être situé, par rapport à un point de référence du couvercle du porte-éprovettes (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-éprovettes (I) maintenant les éprouvettes dans le bain liquide de façon que 25 mm de liquide recouvre les éprouvettes. Régler ensuite la température du bain à 23 °C \pm 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 température ambiante, il n'est pas nécessaire d'utiliser les pièces d'écartement qui servent à maintenir du jeu entre le couvercle porte-éprovettes 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-éprovettes pour amener l'éprouvette suivante en position de mesurage.¹⁾

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

Insérer les pièces d'écartement entre le couvercle porte-éprovettes 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 environ 15 min. 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 aura été essayée. 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.

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

- progressivement, par intervalles de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée en environ 5 min;
- 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 environ 30 min. Après que cette température aura 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, 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.

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 aura 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

Lorsqu'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 matériau doivent être soumises à l'essai. 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 grandeur

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

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 du module de torsion à cette température au 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 auxquelles 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 l'équation

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

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

Tableau 1 – Angles de torsion pour des valeurs données du module relatif (MR)

Angle de torsion, α , en degrés, à 23 °C	Angle de torsion, α , en degrés, pour un module relatif (MR)			
	MR = 2	MR = 5	MR = 10	MR = 100
120	90	51	30	3
121	91	52	31	4
122	92	53	31	4
123	93	54	32	4
124	95	55	33	4
125	96	56	33	4
126	97	57	34	4
127	98	58	35	4
128	99	59	36	4
129	101	61	36	5
130	102	62	37	5
131	103	63	38	5
132	104	64	39	5
133	105	65	40	5
134	107	66	41	5
135	108	68	42	5
136	109	69	42	5
137	111	70	43	6
138	112	71	45	6
139	113	72	46	6
140	114	74	47	6
141	116	75	48	6
142	117	77	49	7
143	119	78	50	7
144	120	80	51	7
145	121	82	53	7
146	123	83	54	7
147	124	85	55	7
148	126	87	57	8
149	127	88	58	8
150	129	90	60	9
151	130	92	62	9
152	132	94	62	9
153	133	96	65	10
154	134	97	67	10
155	136	100	69	11
156	138	102	71	11
157	139	104	73	12
158	140	106	75	12
159	142	108	78	13
160	144	111	80	13
161	146	113	82	14
162	147	116	85	15
163	149	118	88	16
164	151	121	91	17
165	152	124	94	18
166	154	126	98	19
167	156	130	101	20
168	158	133	105	22
169	159	136	109	24
170	161	139	113	26

Tableau 2 – Valeurs¹⁾ du facteur μ pour diverses valeurs du rapport b/d

b/d	μ	b/d	μ
1,00	2,25	2,25	3,84
1,05	2,36	2,50	3,99
1,10	2,46	2,75	4,11
1,15	2,56	3,00	4,21
1,20	2,66	3,50	4,37
1,25	2,75	4,00	4,49
1,30	2,83	4,50	4,59
1,35	2,91	5,00	4,66
1,40	2,99	6,00	4,77
1,45	3,06	7,00	4,85
1,50	3,13	8,00	4,91
1,60	3,26	9,00	4,96
1,70	3,38	10,00	5,00
1,75	3,43	20,00	5,17
1,80	3,48	50,00	5,23
1,90	3,57	100,00	5,30
2,00	3,66		

1) Les valeurs de μ ont été arrondies à deux chiffres après la virgule.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification de l'échantillon.
- c) milieu caloporteur utilisé;
- d) températures t_2 , t_5 , t_{10} et t_{100} auxquelles le module relatif est égal à 2; 5; 10 et 100, respectivement;
- e) module apparent de rigidité en torsion, en pascals, à température ambiante;
- f) si nécessaire, module apparent de rigidité en torsion à des températures autres que la température ambiante;
- g) si nécessaire, température à laquelle le module apparent de rigidité en torsion atteint une valeur prescrite.

CDU 678.4/.7.063 : 678.01 : 539.414

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

Prix basé sur 6 pages