

ISO/TC 45/SC 2

Date: ~~2017-07~~

Deleted: 2017-03-27

ISO 812:2017(F)

Deleted: /FDIS

ISO/TC 45/SC 2/GT 1

Secrétariat: JISC

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 812:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c4d1cbff-ee0a-427c-9f5a-60519cf5869d/iso-812-2017>

Type du document: Norme internationale
Sous-type du document:
Stade du document: (50) Approbation
Langue du document: F

D:\temp\macroserver\DOCX2PDFRGB\DOCX2PDFRGB.lacroix@CLACROIX_441\C072774f_trackchanges.docx STD Version 2.8f

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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 812:2011), dont elle constitue une révision mineure.

Par rapport à la précédente édition, les modifications sont les suivantes:

- les références normatives à l'Article 2 ont été mises à jour;
- la définition de «détérioration» a été ajoutée en 3.4;
- une note a été ajoutée en 4.2.

Formatted: Adjust space between Asian text and numbers

Deleted: l'ISO

Deleted: l'évaluation

Deleted: l'adhésion

Deleted: l'ISO

Deleted: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Formatted: std_publisher

Formatted: std_docNumber

Formatted: std_year

Formatted: cite_sec

Deleted: au

Formatted: cite_sec

Deleted: au

Formatted: cite_sec

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

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document 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.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document 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

Le présent document 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. Les données obtenues par cette méthode sont, par conséquent, prévues pour être utilisées pour prévoir le comportement des caoutchoucs à basses températures uniquement sans des applications dans lesquelles les conditions de déformation sont similaires à celles spécifiées dans 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.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les

Formatted: std_publisher, Font: 10 pt

Formatted: std_docNumber, Font: 10 pt

ISO 812:2017(F)

références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements)

ISO 18899:2013, *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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à <http://www.iso.org/obp>

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

3.4

détérioration

toute craquelure, fissure ou perforation visibles à l'œil nu ou par une rupture complète en deux ou en plusieurs morceaux

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 la (les) éprouvette(s) 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.

Formatted: std_publisher

Formatted: std_docNumber

Formatted: std_year

Formatted: std_docTitle, Font: Not Italic

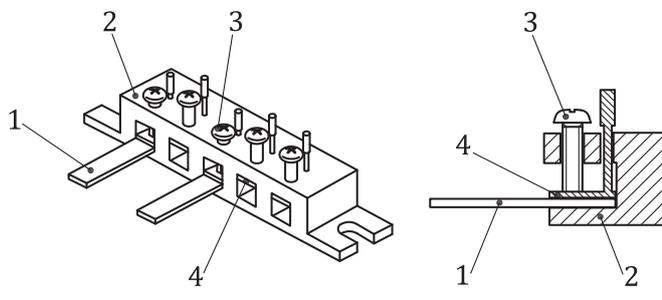
Formatted: std_publisher

Formatted: std_docNumber

Formatted: std_docTitle, Font: Not Italic

Formatted: cite_sec

Formatted: cite_fig

**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 2 a) et b)] doivent être comme suit:

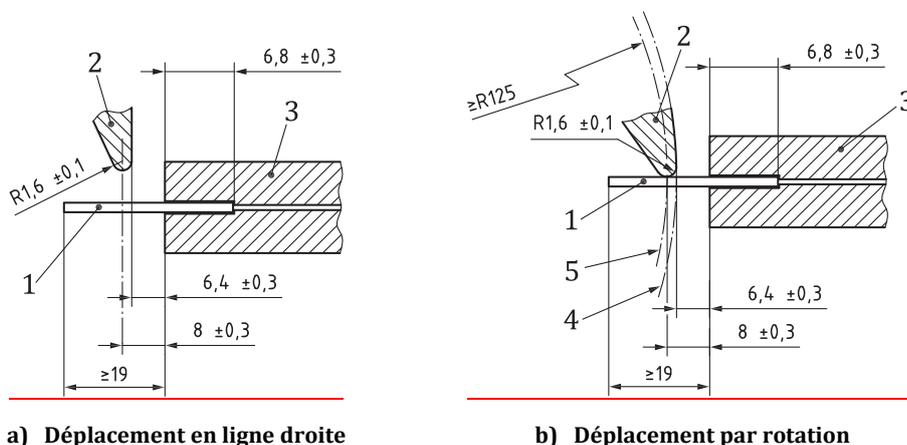
- a) le bord du corps de frappe doit avoir un rayon de $1,6 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$;
- b) la distance entre le corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette, au moment du choc, doit être de $6,4 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$;
- c) la distance entre le point d'impact du bord du corps de frappe et la mâchoire de serrage de l'éprouvette doit être de $8 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$;
- d) 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 du présent document 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.

Dimensions en millimètres

Formatted: cite_fig

Formatted: cite_app, Font: 10 pt



a) Déplacement en ligne droite

b) Déplacement par rotation

Légende

- 1 éprouvette
- 2 corps de frappe
- 3 mâchoire de serrage de l'éprouvette
- 4 trajectoire du point du corps de frappe le plus rapproché de la mâchoire de serrage
- 5 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:

- a) pour des températures allant jusqu'à -60 °C, les huiles de silicone d'une viscosité cinématique d'environ 5 mm²/s à température ambiante, en raison de leur inertie chimique vis-à-vis des caoutchoucs, de leur ininflammabilité et de leur non-toxicité;

NOTE Une viscosité cinématique d'environ 5 mm²/s à température ambiante a été trouvée appropriée.

- b) pour des températures allant jusqu'à -73 °C, l'éthanol;
- c) pour des températures allant jusqu'à -120 °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 ± 0,5 °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 ± 1 °C.

Formatted: std_publisher
Formatted: std_docNumber

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

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 $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$, ou
- 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.

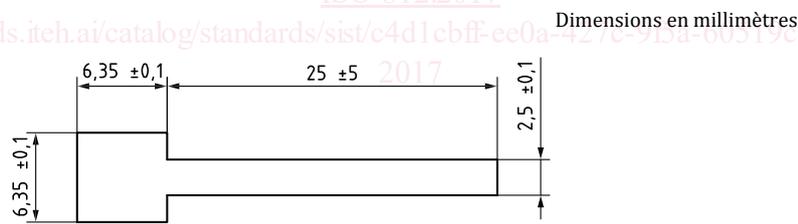


Figure 3 — Éprouvette de type B

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

ISO 812:2017(F)

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 à 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. Déterminer la température de fragilité à 50 % par calcul à l'aide de la Formule (1) ou par la méthode graphique décrite en 8.2.4.

Formatted: std_publisher

Formatted: std_docNumber

Formatted: cite_sec

Formatted: cite_sec

Formatted: cite_eq

Formatted: cite_sec

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 % à l'aide la Formule (1):

$$T_b = T_h + \Delta T \left(\frac{S}{100} - \frac{1}{2} \right) \quad (1)$$

où

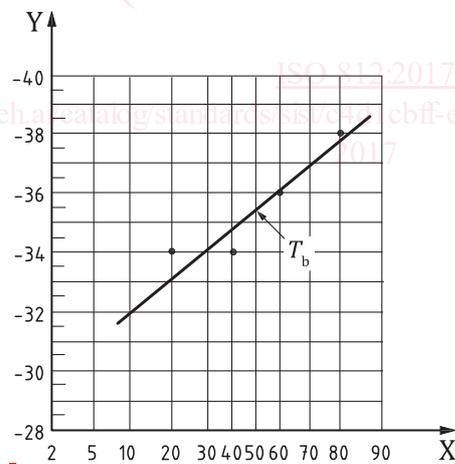
T_b est la température de fragilité à 50 % (°C);

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 de détérioration à chaque température. Ensuite, à l'aide du papier à échelle fonctionnelle normale tel que représenté à la Figure 4, placer ces pourcentage en fonction de la température, en prenant la température sur l'échelle linéaire et le pourcentage de détérioration 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.

Formatted: cite_sec

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.

Formatted: cite_app

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:

- 1) une référence complète à la méthode d'essai utilisée, c'est-à-dire la référence du présent document;
- 2) le mode opératoire utilisé, A, B ou C;
- 3) le type d'éprouvette utilisé.

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) les détails relatifs aux modes opératoires non spécifiés dans le présent document;

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;