

ISO/TC 45/SC 2

Secrétariat: JISC

Début de vote:
2020-12-14

Vote clos le:
2021-02-08

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 1432](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2f87cf9-963a-46c0-b375-9c2f0a89cfc0/iso-fdis-1432)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2f87cf9-963a-46c0-b375-
9c2f0a89cfc0/iso-fdis-1432](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2f87cf9-963a-46c0-b375-9c2f0a89cfc0/iso-fdis-1432)

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.

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.



Numéro de référence
ISO/FDIS 1432:2020(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 1432](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2f87cf9-963a-46c0-b375-9c2f0a89cfc0/iso-fdis-1432)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2f87cf9-963a-46c0-b375-9c2f0a89cfc0/iso-fdis-1432>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Aucun terme n'est défini dans le présent document.	1
4 Principe	1
5 Appareillage	2
6 Étalonnage	3
7 Éprouvette	3
7.1 Préparation des éprouvettes.....	3
7.2 Conditionnement des éprouvettes.....	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Montage de l'éprouvette.....	4
8.2 Mesurages de la rigidité en milieu liquide.....	4
8.3 Mesurages de la rigidité en milieu gazeux.....	5
8.3.1 Généralités.....	5
8.3.2 Mesurages.....	5
8.4 Cristallisation.....	5
9 Nombre d'essais	5
10 Expression des résultats	6
10.1 Module de torsion.....	6
10.2 Module relatif.....	6
10.3 Module apparent de rigidité en torsion.....	7
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (normative) Programme d'étalonnage	10
Annexe B (informative) Fidélité	13
Bibliographie	16

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 attirée 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/iso/fr/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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 1432:2013), dont elle constitue une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- à l'[Article 2](#), les références normatives ont été mises à jour;
- une déclaration de fidélité a été ajoutée en tant qu'[Annexe B](#).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <https://www.iso.org/fr/members.html>.

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

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 déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document 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 plage de températures comprises entre la température ambiante et environ -120 °C .

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 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*

Termes et définitions

3 Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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

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

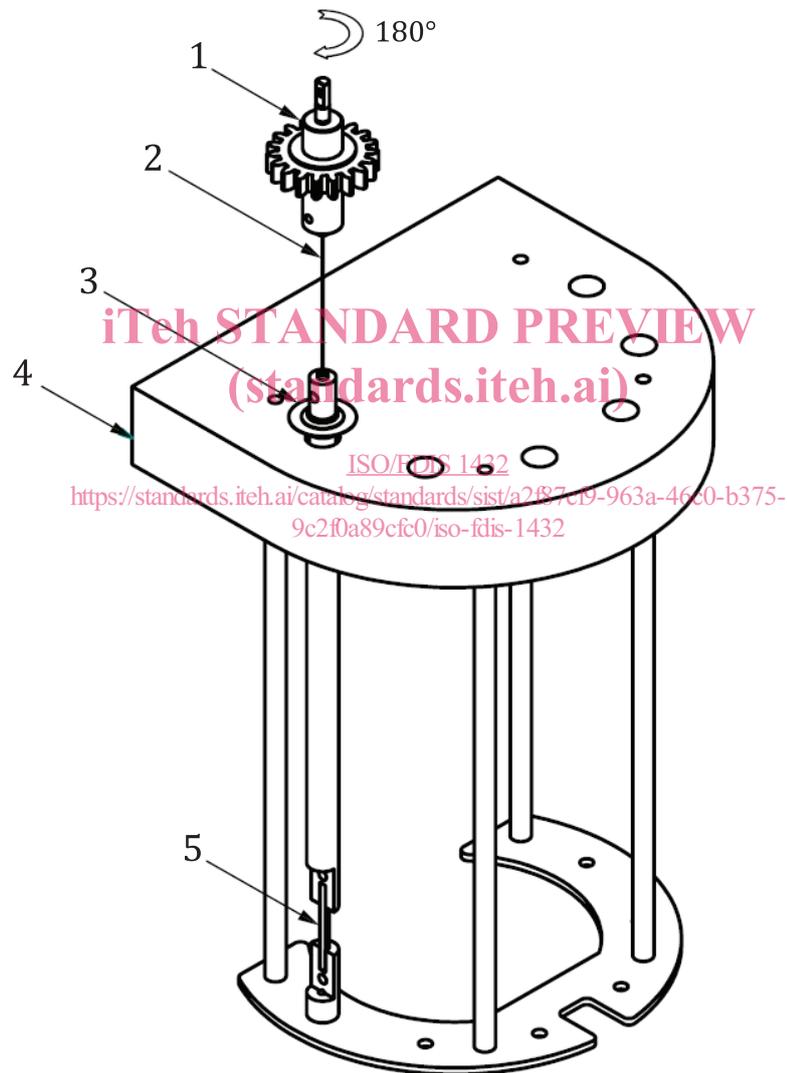
4 Principe

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° .

5 Appareillage

5.1 Appareil de torsion, constitué par une tête de torsion, pouvant faire une rotation 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 attachée au dispositif de fixation de l'éprouvette. 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 près. Ce principe est représenté à la [Figure 1](#).

5.2 Fils de torsion, réalisés à partir d'un fil trempé pour ressort, de longueur égale à $65 \text{ mm} \pm 8 \text{ mm}$, et ayant des constantes nominales de torsion de $0,7 \text{ mN}\cdot\text{m}$, $2,8 \text{ mN}\cdot\text{m}$ et $11,2 \text{ mN}\cdot\text{m}$. En cas de litige, le fil ayant la constante de torsion de $2,8 \text{ mN}\cdot\text{m}$ doit être utilisé.



Légende

- 1 tête de torsion
- 2 fil de torsion
- 3 angle de mesure
- 4 couvercle porte-éprouvettes
- 5 éprouvette

Figure 1 — Principe d'un appareil de torsion

5.3 Couvercle porte-éprouvettes, réalisé à partir d'un matériau de faible conductibilité thermique, 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 un support. Il est souhaitable de réaliser la partie verticale du support avec 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.

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 est reliée au fil de torsion par une tige.

5.4 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 reproduisent ceux obtenus avec des liquides.

NOTE Les fluides suivants ont été utilisés de façon satisfaisante:

- a) pour des températures jusqu'à -60 °C , les fluides silicones de viscosité cinématique d'environ $5\text{ mm}^2/\text{s}$ 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 , l'éthanol;
- c) pour des températures jusqu'à -120 °C , le méthylcyclohexane refroidi par azote liquide (s'est avéré satisfaisant avec l'utilisation d'appareillage approprié).

5.5 Dispositif de mesure de la température, capable de mesurer la température à $0,5\text{ °C}$ près sur toute la plage de températures pour laquelle l'appareillage est utilisé.

Le capteur de température doit être positionné près des éprouvettes.

5.6 Régulateur de température, permettant d'augmenter la température conformément aux [8.2](#) et [8.3](#) et de maintenir la température du milieu caloporteur à $\pm 1\text{ °C}$ près.

5.7 Réservoir pour milieu caloporteur, un bain pour milieu liquide, ou une chambre d'essai pour milieu gazeux, avec des moyens de chauffage et de refroidissement du liquide réfrigérant à la température minimale requise.

5.8 Agitateur, pour les liquides, ou **ventilateur**, ou **dispositif d'insufflation**, 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.

5.9 Chronomètre, ou tout autre dispositif de mesure du temps, gradué en secondes.

6 Étalonnage

Les exigences relatives à l'étalonnage de l'appareillage d'essai sont données dans l'[Annexe A](#).

7 Éprouvette

7.1 Préparation des éprouvettes

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

Les dimensions de l'éprouvette doivent être les suivantes: longueur de 40 mm \pm 2,5 mm, largeur de 3 mm \pm 0,2 mm et épaisseur de 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.

7.2 Conditionnement des éprouvettes

7.2.1 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, autant que possible.

Pour des essais réalisés sur des articles manufacturés, chaque fois que c'est possible, il convient que le temps entre la vulcanisation et l'essai ne soit pas 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.

7.2.2 Les échantillons et les éprouvettes doivent, autant que possible, être protégés de la lumière durant l'intervalle entre vulcanisation et essai.

7.2.3 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, la même température devant être adoptée pour les essais d'une même série ou pour les essais destinés à être comparés.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Mode opératoire

8.1 Montage de l'éprouvette

ISO/FDIS 1432

Fixer chacune des éprouvettes utilisées de façon que la longueur libre de l'éprouvette entre les mâchoires soit de 25 mm \pm 3 mm. Le dispositif de fixation de l'éprouvette doit être positionné de sorte que l'échantillon se trouve sous un angle de torsion nul ou avec une légère charge initiale pour maintenir l'éprouvette droite quand la température varie.

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

8.2 Mesurages de la rigidité en milieu liquide

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

Placer le couvercle porte-éprouvettes contenant les éprouvettes dans le bain liquide avec au moins 25 mm de liquide recouvrant les éprouvettes.

Régler le dispositif de mesure de l'angle à zéro. Puis, tourner de 180° toutes les éprouvettes en même temps, ou en séquence, rapidement mais avec douceur, et enregistrer l'angle de torsion après 10 s. Si les éprouvettes sont mesurées en séquence, s'assurer que tous les mesurages sont faits en environ 2 min. 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 ayant une constante de torsion de 0,7 mN·m. Les éprouvettes donnant des angles de torsion inférieurs à 120° doivent être soumises à essai avec un fil ayant une constante de torsion de 11,2 mN·m.

Retirer les éprouvettes du bain liquide (en supposant que le mesurage de référence a été effectué dans un liquide) et régler la température du liquide à la plus basse température souhaitée.

Placer les éprouvettes dans le bain avec au moins 25 mm de liquide recouvrant les éprouvettes et les maintenir à cette température pendant environ 15 min.

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

- a) progressivement par paliers de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée après environ 5 min;
- b) de façon continue, avec une vitesse de chauffage d'environ 1 °C/min.

Effectuer les mesurages de la rigidité dans le cas de paliers, après conditionnement de l'éprouvette pendant 5 min à chaque température, et dans le cas continu à intervalles réguliers de 1 min maximum. Continuer les essais jusqu'à ce que soit atteinte une température à laquelle l'angle de torsion se situe entre 5° et 10° de l'angle de torsion mesuré à 23 °C.

Enregistrer l'angle de torsion et la température à chaque mesurage.

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

8.3 Mesurages de la rigidité en milieu gazeux

8.3.1 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 la période de conditionnement est différente.

8.3.2 Mesurages

Les éprouvettes étant dans la chambre d'essai, régler la température de la chambre à la plus basse température souhaitée 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 sont soumises à essai en 2 min.

Élever ensuite la température de la chambre d'essai selon l'une des deux méthodes suivantes:

- a) progressivement par paliers de 5 °C, chacune des élévations étant réalisée après environ 10 min;
- b) de façon continue, avec une vitesse de chauffage d'environ 1 °C/min.

Effectuer les mesurages de la rigidité dans le cas de paliers, après conditionnement de l'éprouvette pendant 10 min à chaque température, et dans le cas continu à intervalles réguliers de 1 min maximum. Continuer les essais jusqu'à ce que soit atteinte une température à laquelle l'angle de torsion se situe entre 5° et 10° de l'angle de torsion mesuré à 23 °C.

Enregistrer l'angle de torsion et la température à chaque mesurage.

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

8.4 Cristallisation

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

9 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.

10 Expression des résultats

10.1 Module de torsion

Le module de torsion de l'éprouvette à n'importe quelle température est proportionnel à la grandeur

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

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

10.2 Module relatif

Le module relatif à n'importe quelle température est le rapport du module de torsion à cette température au module de torsion à 23 °C.

La valeur du module relatif à n'importe quelle température est déterminée par lecture à partir des angles de torsion correspondants à cette température et à 23 °C, 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 à l'aide du [Tableau 1](#) et les valeurs d'angle de torsion en fonction des valeurs de la température pour l'éprouvette. La première colonne du [Tableau 1](#) liste les angles degré par degré entre 120° et 170°, de sorte que la valeur correspondante de torsion de l'éprouvette à 23 °C puisse être choisie.

Les colonnes suivantes donnent les angles de torsion, qui correspondent respectivement aux valeurs du module relatif de 2, 5, 10 et 100. Les températures correspondant à ces angles sont désignées respectivement par t_2 , t_5 , t_{10} et t_{100} .

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

Angles de torsion, α , en degrés à 23 °C	Angles de torsion, α , en degrés pour un module relatif (RM)			
	RM = 2	RM = 5	RM = 10	RM = 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

Tableau 1 (suite)

Angles de torsion, α , en degrés à 23 °C	Angles de torsion, α , en degrés pour un module relatif (RM)			
	RM = 2	RM = 5	RM = 10	RM = 100
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

10.3 Module apparent de rigidité en torsion

NOTE L'industrie du caoutchouc utilise le terme équation pour la relation appelée formule. Le terme formule est utilisé pour décrire le tableau des ingrédients d'un composé en caoutchouc.

Quand on veut calculer le module apparent de rigidité en torsion en pascals 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 \(1\)](#):

$$G = \frac{16KL(180-\alpha)}{bd^3\mu\alpha} \quad (1)$$

où

- K est la constante de torsion, en newton mètres, du fil de torsion trouvée à l'étalonnage;
- L est la longueur libre mesurée, en mètres, de l'éprouvette;
- b est la largeur, en mètres, de l'éprouvette;