



Caoutchouc vulcanisé — Détermination des caractéristiques à basse température — Méthode température-retrait (essai TR)

Rubber, vulcanized — Determination of low temperature characteristics — Temperature-retraction procedure (TR test)

Deuxième édition — 1982-02-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2921:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8279c0b-09a0-417a-9d23-e27aad989017/iso-2921-1982>

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 2921 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 2921-1975), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d	Inde	Royaume-Uni
Australie	Italie	Suède
Belgique	Nouvelle-Zélande	Suisse
Brésil	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Canada	Pologne	Thaïlande
France	Portugal	URSS
Hongrie	Roumanie	USA

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Caoutchouc vulcanisé — Détermination des caractéristiques à basse température — Méthode température-retrait (essai TR)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des caractéristiques de retrait à la température des caoutchoucs vulcanisés étirés.

2 Références

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1826, *Caoutchouc vulcanisé — Délai entre vulcanisation et essai.*

ISO 3383, *Caoutchoucs — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais.*

ISO 4661, *Caoutchouc — Préparation des éprouvettes.*

3 Principe

Relevé de la température à laquelle un retrait déterminé se produit lorsque la température s'élève régulièrement, après que l'éprouvette de caoutchouc a été étirée à la température ambiante et refroidie à une température suffisamment basse pour qu'un retrait ne se produise pas lorsqu'il y a relâchement de la force d'étirement.

NOTE — D'autres types d'éprouvettes, découpées dans des produits, sont décrits en plus des deux formats d'éprouvette normalisée; ceux-ci ne donnent pas nécessairement les mêmes valeurs de retrait à la température, et il faut éviter de comparer les valeurs obtenues avec les différents types d'éprouvettes.

4 Appareillage

4.1 Récipient pour fluide réfrigérant, calorifugé et équipé d'un agitateur, d'un thermomètre et d'un dispositif de chauffage du fluide réfrigérant conformément à l'ISO 3383.

4.2 Fluide réfrigérant, non susceptible d'affecter le caoutchouc à essayer, conforme à l'ISO 3383. Parmi les liquides convenant pour l'emploi aux basses températures, on peut citer l'acétone, le méthanol, l'éthanol, le butanol, les fluides silicones et le *n*-hexane additionnés de neige carbonique concassée (dioxyde de carbone solide). Prendre soin d'éviter de mettre en

contact, d'une part, des liquides polaires et des caoutchoucs polaires et, d'autre part, des hydrocarbures et des caoutchoucs hydrocarbonés.

Un milieu gazeux peut être employé comme fluide réfrigérant, lorsque l'appareil est conçu de façon que les résultats des essais reproduisent ceux qui sont obtenus au moyen d'un milieu liquide.

4.3 Chevalet avec supports d'éprouvettes, comprenant un dispositif de mise en place, des mors fixe et mobile pour une ou plusieurs éprouvettes et un système de blocage pour les mors supérieurs (mobiles) (voir figure 2).

Le chevalet doit être conçu de façon à maintenir une légère tension sur l'éprouvette (10 à 20 kPa) et à lui permettre un allongement pouvant aller jusqu'à un maximum de 350 %. Les mors supérieurs doivent pouvoir être bloqués pour un allongement choisi, puis libérés. Un dispositif doit être prévu de façon à permettre la lecture de la longueur de l'éprouvette à n'importe quel moment de l'essai, à ± 1 mm près.

Une alternative possible est l'emploi d'une série d'échelles graduées amovibles permettant de lire directement, à ± 1 %, le pourcentage de retrait en fonction de l'allongement du caoutchouc gelé.

Les parties mobiles de l'appareillage doivent être construites de manière à avoir le moins de frottement possible.

5 Éprouvettes

5.1 Préparation

En général, les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'ISO 4661.

5.2 Types

5.2.1 Éprouvette normalisée

L'éprouvette normalisée doit être une bande comportant des extrémités plus larges pour pouvoir être fixées, les dimensions devant être conformes à celles de la figure 1. L'éprouvette de longueur de référence 100 mm doit être utilisée de préférence pour les essais avec faibles allongements, et celle de 50 mm pour les essais avec des allongements plus importants. Les

éprouvettes doivent être découpées dans une feuille plate d'épaisseur $2,0 \pm 0,2$ mm, à l'aide d'un emporte-pièce tranchant. Les feuilles peuvent être préparées par moulage ou par découpage et meulage dans des produits finis.

5.2.2 Éprouvettes prélevées dans un produit

D'autres types d'éprouvettes prélevées dans des produits finis en caoutchouc peuvent être utilisés (par exemple joint torique avec un diamètre de section compris entre 1,5 et 4 mm).

5.3 Nombre

Utiliser au moins trois éprouvettes pour chaque essai.

5.4 Conditionnement

Sauf spécifications contraires dues à des raisons techniques, les conditions suivantes doivent être observées.

5.4.1 Le délai entre la vulcanisation et l'essai doit être conforme à l'ISO 1826.

5.4.2 Pendant le délai entre la vulcanisation et l'essai, les échantillons et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière aussi complètement que possible.

5.4.3 Les éprouvettes doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai à une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 471.

Si l'on entrepose aux basses températures des échantillons susceptibles de se cristalliser avant l'essai, la cristallisation peut affecter largement les valeurs TR mesurées. Si l'on désire obtenir des valeurs dans des conditions de non-cristallisation pour le matériau, on doit décristalliser les éprouvettes avant l'essai en les chauffant durant 30 min dans une étuve à 70 °C. Elles doivent ensuite être conditionnées durant 30 min au moins à la température normale de laboratoire, mais pas au-delà de 60 min.

6 Mode opératoire

Le bain doit contenir suffisamment de fluide réfrigérant (4.2) pour que l'éprouvette soit recouverte pendant l'essai par 25 mm au moins de fluide. Refroidir le fluide réfrigérant, en l'agitant, jusqu'à une température inférieure à -70 °C comme il est spécifié dans l'ISO 3383.

Tandis que le fluide se refroidit, insérer l'éprouvette dans le chevalet (4.3) et, à la température normale de laboratoire, étirer la longueur de référence jusqu'à l'obtention de l'allongement choisi, puis la bloquer dans cette position. S'assurer que l'éprouvette est maintenue étirée à la température normale de laboratoire pendant un temps minimal.

L'allongement doit être choisi en fonction des critères suivants :

- a) si des raisons techniques n'en imposent pas autrement, on doit adopter un allongement de 50 % afin de réduire l'effet de cristallisation;

b) pour étudier l'effet combiné de la cristallisation et de la basse température, adopter l'un des allongements suivants :

- 1) 250 %;
- 2) moitié de l'allongement à la rupture, s'il n'est pas possible d'obtenir 250 %;
- 3) 350 %, si l'allongement à la rupture est supérieur à 600 %.

Lorsque le fluide réfrigérant a atteint une température d'équilibre inférieure à -70 °C, plonger dans le bain le chevalet avec les éprouvettes. Après $10 + \frac{2}{0}$ min dans le bain maintenu entre -70 °C et -73 °C, débloquent les mors supérieurs de façon à permettre aux éprouvettes de se rétracter librement. Augmenter en même temps la température du fluide au régime de 1 °C/min, les tolérances étant telles que la montée en température durant 10 min soit de 10 ± 2 °C.

Si l'éprouvette étirée se rétracte jusqu'à sa longueur initiale à -70 °C, utiliser, si nécessaire, un autre milieu réfrigérant et refroidir à une température plus basse.

Effectuer la première lecture à -70 °C et continuer à lire la température réelle et la longueur rétractée ou le retrait toutes les 2 min, jusqu'à ce qu'il atteigne 75 %.

NOTES

1 Pour étudier les effets de la cristallisation ou l'effet d'une exposition prolongée aux basses températures, les éprouvettes peuvent être maintenues étirées plus longtemps avant retrait à une ou plusieurs températures choisies en fonction du but de l'essai et du matériau examiné.

2 Plusieurs allongements ne donneront pas nécessairement les mêmes résultats.

7 Expression des résultats

Le pourcentage de retrait, r , peut être lu sur les échelles graduées ou calculé à l'aide de la formule

$$r = \frac{l_s - l_r}{l_o - l_o} \times 100$$

où

l_s est la longueur étirée en position verrouillée;

l_r est la longueur rétractée à la température observée;

l_o est la longueur de référence.

Porter sur un graphique la valeur r en fonction de la température réelle.

Lire, sur le graphique, les températures correspondant aux retraits de 10 %, 30 %, 50 % et 70 %. Ces températures sont désignées par TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70.

Calculer la valeur moyenne de trois déterminations de la température pour TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- | | |
|--|---|
| <p>a) description complète de l'échantillon et de tous les faits se rapportant à sa période de pré-essai;</p> <p>b) mode de préparation des éprouvettes, par exemple moulées ou découpées;</p> <p>c) conditions de vulcanisation des éprouvettes, si elles sont connues;</p> <p>d) durée et température de conditionnement des éprouvettes avant l'essai;</p> <p>e) référence complète à la méthode d'essai utilisée, par exemple référence de la présente Norme internationale;</p> | <p>f) type et dimensions des éprouvettes;</p> <p>g) nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;</p> <p>h) allongement au gel;</p> <p>j) fluide réfrigérant utilisé;</p> <p>k) durée et température de conditionnement à basse température;</p> <p>m) toutes procédures non normalisées adoptées;</p> <p>n) valeurs moyennes calculées de TR 10, TR 30, TR 50 et TR 70, ainsi que l'unité dans laquelle les résultats sont exprimés;</p> <p>p) date de l'essai.</p> |
|--|---|

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Dimensions en millimètres

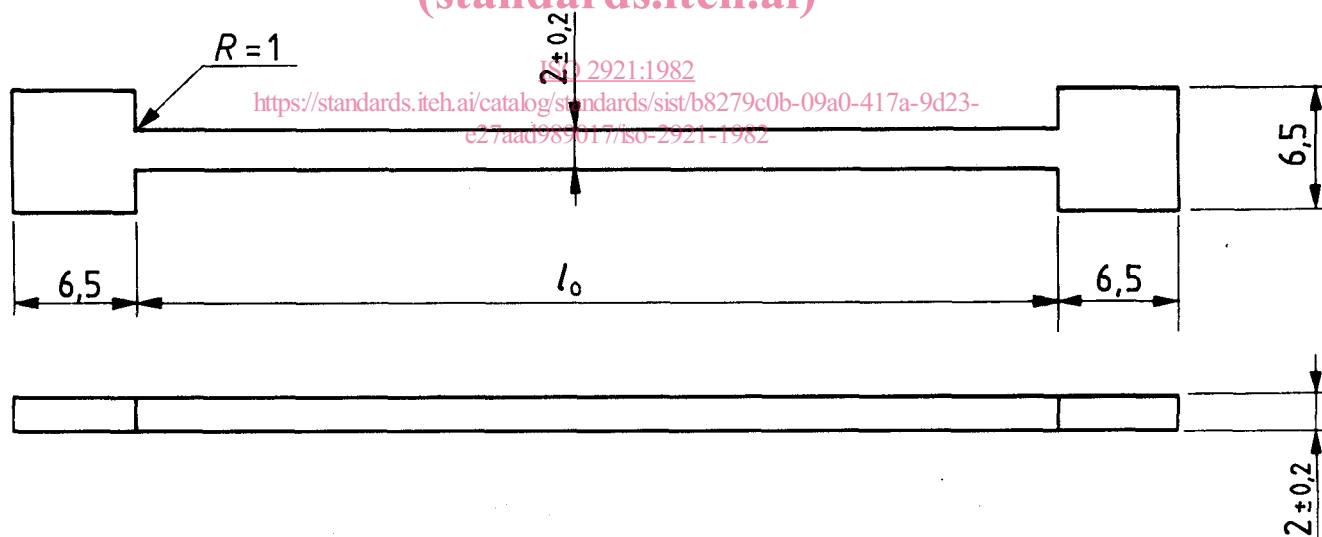
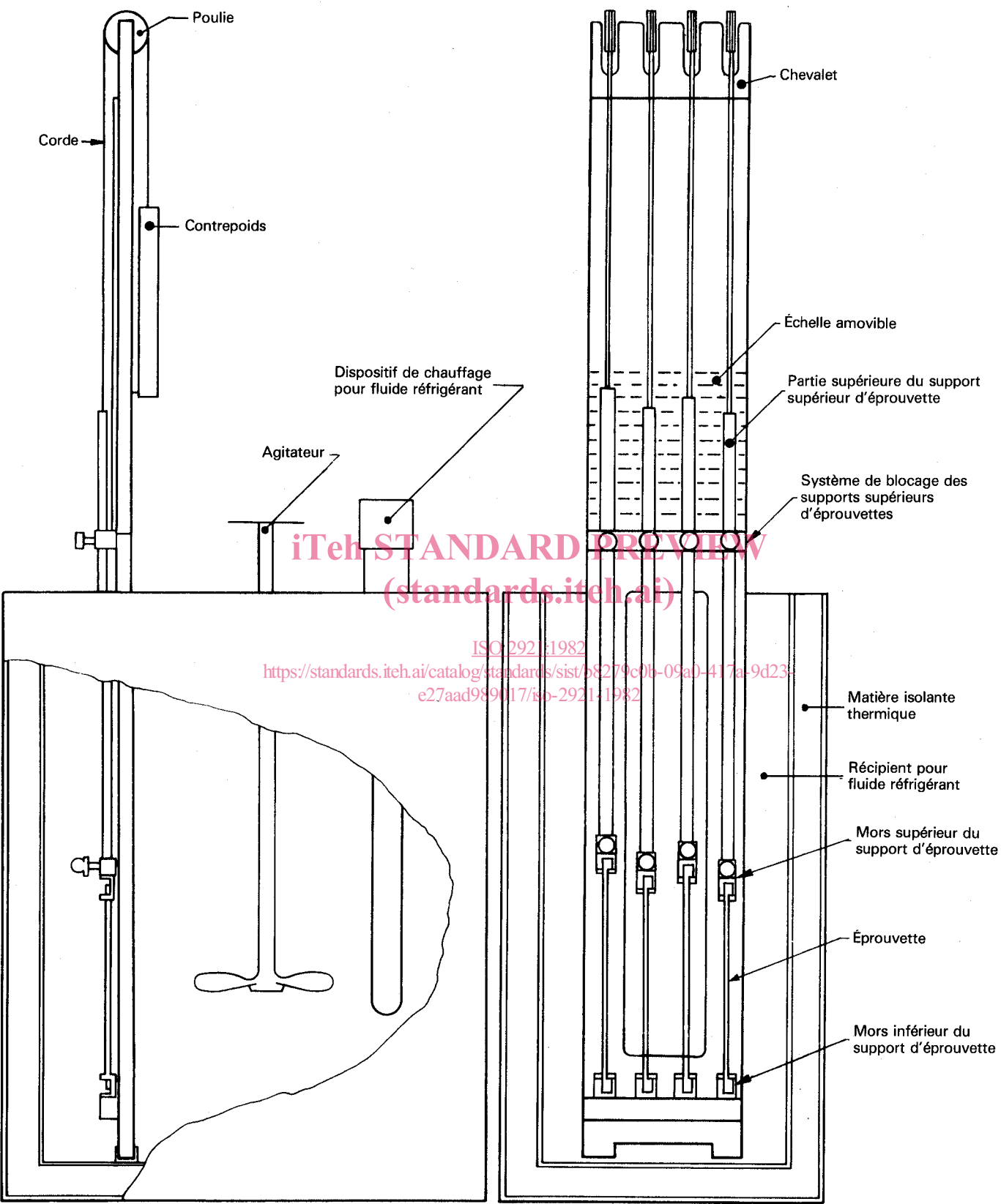


Figure 1 — Éprouvette

[Longueur de référence, de préférence $l_0 = 100 \pm 0,2$ mm pour de faibles allongements et $50 \pm 0,2$ mm pour de grands allongements (voir 5.2.1)]



iTeh STANDARD PROVISION
(standards.iteh.ai)
ISO 2921:1982
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/68279c0b-09ad-417a-9d23-e27aad989017/iso-2921-1982>

Figure 2 — Appareil de retrait