

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**4665-3**

Première édition  
1987-06-01



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

## **Caoutchouc vulcanisé — Résistance aux intempéries —** **Partie 3:** **Méthodes d'exposition à la lumière artificielle**

*Rubber, vulcanized — Resistance to weathering —*  
*Part 3: Methods of exposure to artificial light*

Library / Bibliothèque  
Do not remove / Ne pas enlever

## 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 normalement 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.

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 4665-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Caoutchouc vulcanisé — Résistance aux intempéries —

## Partie 3 :

### Méthodes d'exposition à la lumière artificielle

#### 0 Introduction

Les effets de la lumière sur la couleur et sur d'autres propriétés des caoutchoucs présentent une importance technique et commerciale considérable. Les méthodes d'exposition des caoutchoucs à la lumière naturelle sont traitées dans l'ISO 4665-2.

L'essai avec des sources lumineuses de laboratoire poursuit généralement l'un des objectifs suivants :

- a) obtenir des résultats avec des essais accélérés dans des conditions contrôlées moins variables pour connaître le comportement que donnerait une exposition prolongée à la lumière naturelle du jour;
- b) pour des essais de contrôle sur un matériau de résistance à la lumière connue, établir que le niveau de qualité de différents lots ne s'écarte pas d'un témoin acceptable connu.

NOTE — L'annexe A donne des indications sur les problèmes que pose la corrélation entre les effets de l'exposition à des sources de lumière artificielle, et ceux obtenus après exposition à la lumière naturelle.

Pour certaines applications spécifiques, il peut être possible d'utiliser des lampes fluorescentes comme source de lumière. Toutefois, il n'y a pas, actuellement, d'informations suffisantes sur la fiabilité et la répétabilité des résultats obtenus avec une telle exposition pour justifier l'inclusion de ce type d'appareillage dans la présente partie de l'ISO 4665. Des recherches en ce domaine sont en cours et l'on espère qu'elles auront pour résultat l'incorporation des lampes fluorescentes lors d'une future révision. L'annexe D donne quelques informations existantes sur les lampes fluorescentes et leur emploi possible, dans le but d'aider les parties intéressées à faire leurs propres investigations sur l'utilisation de tels appareillages.

#### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4665 spécifie des méthodes d'exposition des caoutchoucs vulcanisés à une source lumineuse de laboratoire dans le but d'évaluer les changements produits par de telles expositions.

Parmi les différentes sources lumineuses, l'arc au xénon est avantageux, du fait que, lorsqu'il est filtré et entretenu convenablement, il peut fournir un spectre très voisin de celui de la lumière du jour. C'est pourquoi la présente partie de l'ISO 4665 est limitée à cette source de lumière.

La présente partie de l'ISO 4665 spécifie également des moyens de détermination de la dose de rayonnement.

#### NOTES

- 1 Pour la méthode de détermination des variations des propriétés après exposition, voir l'ISO 4665-1.
- 2 Les essais décrits dans la présente partie de l'ISO 4665 sont en général réalisés en l'absence de toute contrainte appliquée aux éprouvettes. Une contrainte ou une tension peut cependant être appliquée après accord entre les parties intéressées, pourvu qu'elle soit notée de façon précise dans le procès-verbal d'essai.

#### 2 Références

ISO 105, *Textiles — Essais de solidité des teintures*

— *Section A02: Échelles de gris pour l'évaluation des dégradations.*

— *Section B01: Solidité des teintures à la lumière: Lumière du jour.*

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

ISO 4661-1, *Caoutchouc — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 1: Essais physiques.*

ISO 4665, *Caoutchouc vulcanisé — Résistance aux intempéries*

— *Partie 1: Évaluation des variations des propriétés après exposition aux agents atmosphériques ou à la lumière artificielle.*

— *Partie 2: Méthodes d'exposition aux agents atmosphériques.*

#### 3 Principe

Des éprouvettes sont exposées à la source lumineuse munie de dispositifs d'évaluation de l'énergie lumineuse incidente. Ceux-ci peuvent comprendre un ou plusieurs des moyens suivants :

- a) des étalons physiques qui changent de couleur ou d'autres propriétés bien définies lorsqu'ils sont exposés à la lumière, le degré de changement indiquant l'énergie lumineuse incidente;

b) des moyens instrumentaux mesurant l'irradiance et/ou intégrant celle-ci pour déterminer l'énergie lumineuse reçue pendant une certaine période.

Pour obtenir une indication sur le comportement qui peut se produire à la lumière naturelle du jour, les changements intervenus dans les éprouvettes sont déterminés pour un certain nombre de niveaux d'exposition à la lumière, de façon à fournir une vue d'ensemble suffisante de leur comportement au cours de l'exposition. Cette méthode est également utilisée, avec interpolation si nécessaire, pour déterminer l'exposition requise pour obtenir une modification spécifiée du matériau.

Pour des essais de contrôle, un niveau d'exposition convenable est choisi à l'avance, en se basant sur une connaissance de la résistance prévue du matériau à la lumière, et la modification des éprouvettes est évaluée uniquement à ce niveau. On peut aussi déterminer le niveau d'exposition auquel se produit une variation déterminée des propriétés des éprouvettes exposées.

## 4 Appareillage

### 4.1 Sources lumineuses de laboratoire

#### 4.1.1 Généralités

Pour améliorer la corrélation entre les résultats des expositions aux sources lumineuses de laboratoire, il est nécessaire que le spectre de la source lumineuse de laboratoire se rapproche le plus possible de celui de la lumière naturelle, particulièrement dans la région de l'ultraviolet, car certains caoutchoucs sont très sensibles à la distribution spectrale de la radiation. Toutefois, l'intensité du rayonnement sera généralement plus élevée que celle de la lumière solaire naturelle, du fait qu'il est nécessaire d'accélérer les phénomènes de dégradation lors des essais au laboratoire, même si l'on affaiblit ainsi la corrélation avec l'exposition naturelle (voir annexe A).

Des recommandations concernant l'éclairage énergétique intégré et la répartition spectrale de la radiation solaire simulée pour les essais de laboratoire sont données dans la Publication CIE n° 20 (TC-22), 1972<sup>1)</sup>. On recommande  $1\ 000 \pm 100\ \text{W/m}^2$  comme éclairage énergétique intégré pour l'essai de résistance à la détérioration des matériaux et équipements exposés aux radiations naturelles.

La distribution spectrale décrite dans la Publication CIE n° 20 (TC-22), 1972, est reproduite dans l'annexe C.

NOTE — Les appareils actuellement disponibles ne permettent pas, pour différentes raisons, de reproduire exactement ce niveau de radiation, en distribution spectrale ou en intensité.

#### 4.1.2 Lampe à arc au xénon

La lampe à arc au xénon émet des radiations dans le domaine s'étendant des longueurs d'onde inférieures à 270 nm dans l'ultraviolet, à l'ensemble du spectre visible et jusque dans l'infrarouge. Pour les essais d'exposition, la lumière provenant de l'arc au xénon est filtrée pour réduire l'émission des lon-

gueurs d'onde les plus courtes et également pour éliminer le plus possible l'infrarouge, de façon que les radiations atteignant les éprouvettes exposées aient une distribution de puissance spectrale qui reproduise étroitement celle de la lumière solaire. On peut également avoir l'appareillage nécessaire pour réduire plus encore l'énergie dans les courtes longueurs d'onde, de façon à pouvoir obtenir un autre spectre similaire à celui des radiations solaires telles qu'elles sont reçues derrière une vitre. Ces deux modes opératoires sont souvent possibles avec le même appareillage, en utilisant différents systèmes de filtres.

L'éclairage énergétique sur la face de l'éprouvette dans le domaine des longueurs d'onde de 300 à 890 nm doit être normalement de  $1\ 000 \pm 200\ \text{W/m}^2$ . Si, exceptionnellement, d'autres intensités sont employées, on doit le noter dans le procès-verbal d'essai. L'éclairage énergétique au-dessous de 300 nm ne doit pas dépasser  $1\ \text{W/m}^2$ . Les valeurs d'éclairage énergétique sur l'ensemble de la surface des éprouvettes ne doivent pas varier de plus de  $\pm 10\ \%$ .

Les caractéristiques des arcs au xénon et des filtres sont sujettes à variations en utilisation, en raison du vieillissement. Ceux-ci doivent être remplacés à intervalles convenables. En outre, ils sont sujets à variations, du fait de l'encrassement et doivent être nettoyés à intervalles convenables.

### 4.2 Enceinte d'essai

**AVERTISSEMENT — Il faut veiller à protéger le personnel du laboratoire des effets de l'ozone.**

L'enceinte d'essai contient un châssis cylindrique supportant les porte-éprouvettes, avec possibilité de faire circuler de l'air sur les éprouvettes pour régler la température. Toute accumulation d'ozone produite par la lampe doit être évitée par évacuation de l'air hors du bâtiment ou par tout autre moyen approprié.

La lampe doit être placée de façon que la quantité de rayonnement reçue par les éprouvettes ne varie pas de plus de  $\pm 10\ \%$  sur l'ensemble de la surface où sont exposées les éprouvettes.

Pour réduire l'effet de l'excentricité dans la lampe, ou lorsqu'on utilise plus d'une lampe dans une même enceinte pour augmenter la quantité de rayonnement, la distribution de celui-ci doit être améliorée en faisant tourner autour de la source lumineuse le cadre portant les éprouvettes et, si nécessaire, en changeant périodiquement la position de chaque éprouvette verticalement.

Conjointement avec la rotation du cadre, les porte-éprouvettes peuvent aussi tourner sur leurs propres axes, ce qui permet d'exposer au rayonnement direct de la source lumineuse le côté du porte-éprouvettes qui était auparavant dans l'obscurité. Cette méthode contribue au maintien d'une faible température de panneau noir sur les éprouvettes. Il est possible aussi de produire des cycles d'obscurité en connectant et déconnectant périodiquement la source. Si l'un ou l'autre de ces cycles est utilisé, cela doit être noté de façon précise dans le procès-verbal d'essai.

1) Publiée par la Commission internationale de l'éclairage, Bureau Central, 52, boulevard Malesherbes, F-75008 PARIS, France.

**4.3 Thermomètre à panneau noir**, pour indiquer la température d'essai, comprenant une plaque métallique noircie absorbante qui a sensiblement les caractéristiques d'absorption d'un corps noir. La plaque doit avoir au moins 1 mm d'épaisseur et des dimensions permettant son montage dans les porte-éprouvettes. La température de la plaque est indiquée par un thermomètre convenable ou un thermocouple assurant un bon contact thermique.

Le thermomètre à panneau noir doit être monté dans un porte-éprouvettes, avec la face métallique noircie côté lampe, et les lectures doivent être effectuées après un temps suffisant pour que la température soit stabilisée.

La température du panneau noir est maintenue constante par réglage de la circulation de l'air de refroidissement.

NOTE — Pour ce réglage, il est commode d'utiliser un thermostat dont la sonde est placée dans l'enceinte d'essai. Lorsqu'il est nécessaire de réduire la variation de la température à  $\pm 1$  °C, on doit prendre des précautions pour placer la sonde dans la position la meilleure pour qu'elle réagisse le plus rapidement possible aux variations de température.

**4.4 Psychromètre**, ou tout autre instrument convenable, placé dans l'enceinte d'essai et protégé du rayonnement de la lampe, pour mesurer l'humidité relative de l'air circulant au-dessus des éprouvettes qui peut être maintenue si nécessaire à une valeur choisie.

**4.5 Système d'arrosage**, si nécessaire, pour arroser les éprouvettes avec de l'eau distillée ou déionisée. Le système d'arrosage doit être fabriqué en un matériau inerte qui ne contamine pas l'eau.

#### 4.6 Porte-éprouvettes

Les porte-éprouvettes peuvent se présenter sous la forme d'un cadre ouvert, laissant libre le dos de l'éprouvette, ou bien ils peuvent être conçus pour supporter le dos de l'éprouvette. Ils doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple en aluminium ou en acier inoxydable. Le laiton, le cuivre et l'acier ne doivent pas être utilisés à proximité des éprouvettes.

Le type de support de l'éprouvette peut affecter les résultats; il doit donc être noté de façon précise dans le procès-verbal d'essai.

#### 4.7 Dispositifs de détermination de la dose de rayonnement

L'un des moyens suivants est nécessaire, selon la méthode choisie.

**4.7.1 Étalons de laine bleue n° 1 à n° 7**, spécifiés dans l'ISO 105, section B01, et **échelle de gris pour l'évaluation des dégradations**, spécifiée dans l'ISO 105, section A02 (voir aussi annexe E).

**4.7.2 Autres étalons physiques**, selon accord entre les parties intéressées.

**4.7.3 Moyens instrumentaux de mesurage de la dose d'énergie lumineuse**, comprenant un système photorécepteur monté à côté des éprouvettes et relié à un dispositif intégrateur pour indiquer la quantité totale d'énergie reçue au cours d'une certaine période.

Le système photorécepteur doit être sensible aux radiations reçues dans un angle solide identique à celui dans lequel les radiations sont reçues par les éprouvettes. La réponse spectrale du photorécepteur doit correspondre aux régions spectrales qui produisent des modifications dans les éprouvettes.

L'instrument doit être étalonné en unités radiométriques convenables, telles que joules par mètre carré pour une source lumineuse donnée. L'étalonnage ne doit pas être affecté par les variations d'intensité lumineuse ou de température.

#### NOTES

1 Des recherches sont en cours dans divers pays sur la réponse spectrale nécessaire pour donner la meilleure estimation de la quantité d'énergie lumineuse en relation avec son influence sur les matériaux. On sait que, pour certains matériaux, l'extrémité vers les courtes longueurs d'onde de la bande ultraviolette est particulièrement importante, mais il n'est pas possible actuellement de recommander une réponse spectrale particulière.

2 L'exposition prolongée d'un dispositif instrumental de mesure en affecte probablement la fiabilité et, en conséquence, des contrôles périodiques doivent être réalisés.

3 Pour les étalons physiques d'estimation de la quantité d'énergie lumineuse (étalons de laine bleue), la réponse spectrale est déterminée par le choix des colorants particuliers utilisés.

**4.8 Appareillage nécessaire pour estimer les variations de propriétés**, spécifié dans l'ISO 4665-1 ou dans les spécifications de matériau ou de produit correspondantes.

## 5 Éprouvettes

### 5.1 Généralités

Autant que possible, chaque éprouvette doit être découpée dans une plaque fraîchement moulée ou, si nécessaire, dans un produit fini, conformément à l'ISO 4661-1. Sa surface d'essai doit être intacte. Seules des éprouvettes ayant des dimensions identiques et approximativement la même surface d'exposition doivent être comparées.

### 5.2 Éprouvettes pour la détermination des changements de couleur

Utiliser des bandes rectangulaires dont les côtés ont au moins 15 mm, et compatibles avec l'appareil particulier utilisé pour l'exposition (voir chapitre 4).

Deux éprouvettes doivent être utilisées pour un essai à un seul niveau d'exposition. Dans les autres cas, le nombre total d'éprouvettes nécessaires sera déterminé par le nombre de niveaux d'exposition, mais il doit être au minimum de deux. Il peut être nécessaire d'augmenter ce nombre pour les produits

dont la couleur n'est pas uniforme ou lorsque la sensibilité à l'exposition est irrégulière. Une éprouvette supplémentaire doit être conservée à l'obscurité et à température normale de laboratoire, afin de constituer l'étalon de référence en vue de l'évaluation de la variation de couleur.

NOTE — On sait que certains matériaux peuvent changer de couleur au cours de stockage dans l'obscurité. Dans ce cas, le changement de couleur des éprouvettes témoins doit être noté dans le procès-verbal d'essai.

### 5.3 Éprouvettes pour la détermination des variations d'autres propriétés

Les dimensions de l'éprouvette doivent normalement être celles spécifiées dans la méthode d'essai de la ou des propriétés à mesurer après exposition. Pour certains essais, l'éprouvette exposée peut également être constituée par une plaque ou avoir une autre forme y permettant le découpage d'autres éprouvettes destinées à des essais particuliers.

Le nombre total d'éprouvettes nécessaires doit être déterminé par le nombre de niveaux d'exposition. Des éprouvettes supplémentaires doivent être conservées à l'obscurité et à température normale de laboratoire, afin de pouvoir être utilisées dans le cas de contrôles sur éprouvettes non exposées lors de la détermination de la propriété après chaque niveau d'exposition.

#### NOTES

- 1 Les dimensions et le nombre d'éprouvettes dépendront aussi de l'appareil particulier utilisé pour l'exposition (voir chapitre 4).
- 2 Les résultats obtenus sur des éprouvettes préparées avant l'exposition peuvent différer de ceux obtenus sur des éprouvettes découpées dans une plaque ou des produits exposés, à cause d'une action possible de l'exposition sur les bords découpés.

### 5.4 Stockage et conditionnement

Pour tous les essais, le délai minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h, conformément à l'ISO 1826.

Pour des essais sur des éprouvettes ne provenant pas de produits manufacturés, le délai maximal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines, et pour les mesures destinées à être comparées, les essais doivent, autant que possible, être effectués après le même délai.

Pour des essais effectués sur des produits manufacturés, chaque fois que c'est possible, le délai entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas dépasser 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.

Les plaques d'essai et les éprouvettes ne doivent, à aucun moment, venir en contact avec celles dont la composition est différente. Ceci est indispensable pour empêcher les additifs susceptibles d'affecter la résistance au vieillissement climatique, comme tel est le cas des antioxydants, de migrer d'un vulcanisat dans des vulcanisats adjacents.

## 6 Conditions d'essai

### 6.1 Température du panneau noir

La température du panneau noir préférée est de  $55 \pm 3$  °C. D'autres températures peuvent être utilisées selon la nature du matériau et son application envisagée, mais il faut noter que des températures élevées du panneau noir peuvent accroître la tendance des effets de la dégradation thermique à avoir une influence sur les résultats d'essai.

NOTE — La température du panneau noir représente la température de surface de l'éprouvette la plus élevée susceptible d'être atteinte. Les éprouvettes de couleur plus claire et les éprouvettes plus minces, où se produit un certain refroidissement par l'arrière, présentent des températures plus basses.

### 6.2 Humidité relative

L'humidité relative préférée est de  $(65 \pm 5)$  %. D'autres valeurs peuvent être utilisées selon la nature de matériau et son application envisagée. S'il est convenu d'une autre valeur, ce doit être l'une des valeurs suivantes:  $(35 \pm 5)$  %,  $(50 \pm 5)$  % ou  $(90 \pm 5)$  %.

#### NOTES

- 1 En raison des différences de température entre éprouvettes de couleurs et épaisseurs différentes, la teneur en humidité de l'air au voisinage immédiat des éprouvettes ne peut être considérée comme étant l'humidité relative de l'air mesurée.
- 2 L'humidité relative ne sera pas maintenue si l'on utilise l'arrosage (6.3).

### 6.3 Arrosage

Si nécessaire, les éprouvettes peuvent être arrosées avec de l'eau distillée ou déionisée, de façon intermittente dans des conditions spécifiées.

Si l'arrosage est utilisé, les recommandations de température maximale de 6.1 s'appliquent à la fin de la période sèche.

Le cycle d'arrosage doit être choisi dans la liste donnée dans le tableau 1. Sauf s'il en a été convenu autrement, le cycle d'arrosage généralement utilisé doit être un arrosage de 18 min suivi d'un intervalle sec de 102 min.

NOTE — Les autres cycles figurent car ils sont utilisés dans certains pays.

Tableau 1 — Cycles d'arrosage

Durée d'arrosage	Intervalle sec entre les arrosages
min	min
3	17
5	25
12	48
18	102

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Montage des éprouvettes

Monter les éprouvettes (chapitre 5) sur les porte-éprouvettes (4.6) de l'appareil, de façon que les éprouvettes ne soient soumises à aucune contrainte.

Identifier chaque éprouvette par un marquage indélébile approprié, mais non sur les zones à utiliser pour l'essai. Comme contrôle, on peut retenir un plan des positions de montage. Exposer les étalons de laine bleue (4.7.1) ou les autres étalons physiques (4.7.2) de la même façon que les éprouvettes pour la détermination du niveau d'exposition.

Lorsqu'on utilise un dispositif instrumental de mesurage de la dose d'énergie lumineuse (4.7.3), le monter convenablement, de façon que le photorécepteur mesure le niveau d'éclairement énergétique à l'emplacement de l'éprouvette (voir toutefois note 2 de 4.7.3).

En cas d'arrosage avec de l'eau (voir 4.5), protéger les étalons de laine bleue de l'eau par un écran transparent convenable, par exemple une plaque de quartz ou de polyméthylméthacrylate (PMMA) ne contenant pas d'absorbant de l'ultraviolet. Il convient de vérifier d'abord que les écrans sont transparents à la lumière incidente, en faisant un essai comparatif sur des étalons recouverts et non recouverts dans des conditions sèches.

Dans le cas des éprouvettes utilisées pour la détermination des changements de couleur ou d'aspect, il est possible, si on le désire, de protéger une partie de chacune des éprouvettes par un écran opaque pendant toute la journée de l'essai. Ceci donne une surface de comparaison son exposée adjacente à la surface exposée. Cela est utile pour suivre l'évolution de l'exposition, mais les résultats notés dans le procès-verbal d'essai doivent toujours être basés sur le contraste obtenu avec les éprouvettes témoins non exposées.

## 7.2 Exposition aux sources lumineuses

Régler les conditions d'essai dans l'enceinte d'essai (4.2), pour la source lumineuse spécifiée (4.1), aux niveaux requis (voir chapitre 6). Maintenir ces conditions pendant toute la durée de l'exposition.

Exposer les éprouvettes montées, et si nécessaire les étalons de lumière appropriés, pendant la durée spécifiée de niveau d'exposition. Bien que le cadre porte-éprouvettes tourne autour de la lampe, il est souhaitable, dans les cas où les éprouvettes sont mises en faisceaux, de modifier leur position verticale de temps à autre, en vue de réduire toute inégalité locale de l'exposition. Lorsque les éprouvettes sont ainsi ajustées, elles ne doivent pas être inversées dans quelque sens que ce soit.

S'il est nécessaire de retirer une éprouvette pour en faire l'inspection périodique, prendre bien soin de ne pas toucher ou modifier la surface d'essai. Après inspection, l'éprouvette doit être replacée dans son support ou dans l'enceinte d'essai, avec sa surface d'essai dans la même direction que précédemment. Cette manière de procéder peut ne pas être nécessaire lorsque les deux faces de l'éprouvette sont exposées librement dans un support qui peut tourner sur son propre axe (voir 4.2).

## 7.3 Mesure de la dose de rayonnement

### 7.3.1 Généralités

Les mesures de la dose de rayonnement ne peuvent être comparées que pour des sources lumineuses semblables. La comparaison de mesures de sources différentes, par exemple

lumière artificielle et lumière naturelle ou types différents de lumière artificielle, peut conduire à des conclusions erronées.

### 7.3.2 Utilisation d'étalons de laine bleue (ISO 105)

Des détails sont donnés dans l'annexe B.

NOTE — Les étalons de laine bleue mis au point pour l'essai des textiles ont été utilisés dans l'essai des caoutchoucs. Il est bien connu que cette méthode souffre de sévères limitations, en particulier lorsqu'on utilise des expositions successives de l'étalon n° 7. Les expositions successives de l'étalon n° 7 ne doivent être employées que si l'on ne dispose pas de meilleure méthode.

### 7.3.3 Utilisation d'autres étalons physiques

Mesurer selon le matériau étalon et comme convenu entre les parties intéressées.

### 7.3.4 Utilisation de moyens instrumentaux

Lorsqu'on utilise des instruments pour déterminer la dose de rayonnement, le niveau d'exposition est exprimé en quantité d'énergie reçue par l'instrument et les éprouvettes.

## 7.4 Détermination des changements après exposition

Cette détermination doit être faite conformément à l'ISO 4665-1.

## 8 Procès-verbal d'essai

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

- a) détails concernant l'échantillon:
  - 1) description complète de l'échantillon et son origine,
  - 2) détails concernant le mélange, durée et température de vulcanisation, le cas échéant,
  - 3) méthode de préparation de l'éprouvette;
- b) méthode d'essai (référence à la présente partie de l'ISO 4665);
- c) détails concernant l'essai:
  - 1) détails spécifiques concernant la lampe utilisée et, si possible, éclairement énergétique à la surface de l'éprouvette,
  - 2) mode de fonctionnement de la lampe et du système filtrant utilisés,
  - 3) température du panneau noir utilisée,
  - 4) humidité relative de l'air circulant au-dessus des éprouvettes,
  - 5) conditions d'arrosage, le cas échéant,

6) nature de soutien, du support et de la fixation, le cas échéant,

7) modalités de rotation des éprouvettes, le cas échéant,

8) Procédés de détermination des niveaux d'exposition, y compris méthode utilisée pour déterminer la dose de rayonnement, le cas échéant (dans le cas des méthodes instrumentales, le niveau d'exposition doit être exprimé en joules par mètre carré),

9) contrainte appliquée sur l'éprouvette, le cas échéant;

d) résultats d'essai:

1) niveaux d'exposition utilisés,

2) présentation des méthodes conformément à l'ISO 4665-1,

3) changements observés dans l'éprouvette témoin, s'ils ont été évalués;

e) date de l'essai.



## Annexe A

### Corrélation entre les effets de l'exposition à des sources de lumières artificielles et ceux de l'exposition à la lumière naturelle du jour

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### A.1 Généralités

La qualité et l'intensité des radiations solaires à la surface de la terre varient avec le climat, le lieu et l'heure, mais l'effet moyen d'un vieillissement pendant une année entière en un lieu particulier diffère normalement peu d'une année à l'autre.

Dans le cas du vieillissement naturel, des facteurs autres que les rayons solaires interviennent dans le vieillissement, en particulier: température, cycle de température, humidité, ozone, etc.

De nombreux produits en caoutchouc sont exposés sous une contrainte de traction statique ou cyclique en service, et le craquelage dû à l'attaque de l'ozone est souvent une conséquence plus sévère des intempéries naturelles que du vieillissement dû à la lumière.

Il faut noter que les éprouvettes utilisées dans la présente partie de l'ISO 4665 sont normalement exemptes de contrainte lorsqu'elles sont exposées à la source de lumière artificielle.

L'expérience montre que la corrélation entre les résultats d'essai avec des sources lumineuses de laboratoire et la lumière naturelle du jour en un lieu particulier est imprécise, et peut être estimée uniquement pour un type et une formulation déterminés du matériau et pour des propriétés particulières, dans le cas où elle a été démontrée par l'expérience passée.

Avec différents types de caoutchoucs, le facteur de corrélation pour la même source lumineuse de laboratoire peut être différent.

#### A.2 Facteurs tendant à diminuer le degré de corrélation

##### A.2.1 Utilisation de radiations ultraviolettes de longueurs d'onde plus courtes que celles rencontrées en exposition naturelle

De telles radiations n'ont qu'un effet minime en exposition naturelle en raison de leur absence ou de leur faible intensité au niveau du sol.

L'arc au xénon, convenablement filtré, produit des radiations dont la distribution d'énergie spectrale est similaire à celle de la lumière solaire moyenne. Comparativement, les lampes à arc au carbone émettent des radiations riches en lumière ultraviolette, les types à incandescence libre produisant des quantités considérables de radiations de longueur d'onde plus courte que celles contenues dans la lumière naturelle du jour. Les tubes fluorescents peuvent être choisis de façon que leur spectre à la sortie corresponde à celui du domaine ultraviolet de la lumière solaire.

##### A.2.2 Utilisation de hautes températures d'essai, en particulier avec des matériaux susceptibles de subir facilement des changements dus aux effets thermiques seuls

Dans de tels cas, les résultats peuvent refléter les effets thermiques plutôt que ceux de l'exposition à la lumière.

La lampe à arc au xénon produit une grande proportion de radiations infrarouges qui devrait être réduite par des filtres. Un refroidissement efficace des éprouvettes est nécessaire pour les protéger de toute surchauffe. L'émission de radiations infrarouges est aussi une particularité des lampes à arc au carbone. Au contraire, les sources à tubes fluorescents fournissent une faible quantité de rayonnement infrarouge, et il n'y a en général aucun risque de surchauffe des éprouvettes.

##### A.2.3 Utilisation d'une distribution spectrale de radiations très différentes de celles de la lumière du jour

À cet égard, l'arc au xénon convenablement filtré est une source satisfaisante pour des essais de laboratoire. L'arc au carbone protégé et l'arc au carbone à incandescence libre donnent tous deux un excès de radiations par rapport à la lumière solaire, dans le domaine situé entre 350 et 420 nm. Les sources à tubes fluorescents manquent normalement de radiations visibles relativement aux radiations ultraviolettes, comparativement à la lumière solaire.

##### A.2.4 Facteurs qui accélèrent la vitesse de modification des éprouvettes

En général, les facteurs qui tendent à accélérer la vitesse des changements dans les éprouvettes, tendent aussi à réduire le degré de corrélation avec le vieillissement naturel. Ils comprennent l'utilisation d'un flux de lumière très élevé ou d'éprouvettes très minces.

Il peut être possible, avec certains matériaux particuliers, d'établir une relation entre la quantité d'énergie lumineuse incidente en laboratoire et la quantité d'énergie lumineuse naturelle, de façon à obtenir des effets comparables; mais avec d'autres matériaux la corrélation pour la même source de laboratoire peut être différente.

#### A.3 Essai de contrôle

En essai de contrôle, les facteurs précédents s'appliquent également, mais la situation est souvent plus favorable que lorsqu'on essaie de prévoir le comportement d'un matériau à la lumière naturelle, pour les raisons suivantes:

- a) le comportement du matériau sera déjà bien connu;
- b) l'objet de l'essai se réduit à montrer si la résistance à la lumière de l'éprouvette essayée est, ou non, plus faible que celle du produit;
- c) une éprouvette représentative d'un produit, dont la faible résistance à la lumière du jour est due à une erreur de formulation ou de mise en œuvre, est susceptible de donner aussi de moins bons résultats avec des sources de lumière de laboratoire; ceci peut être suffisant pour un essai de contrôle sans nécessiter une corrélation étroite;

d) la reproductibilité peut être améliorée si l'on effectue les essais avec le même appareil, en employant le même cycle et la même durée d'exposition. Pour les essais de contrôle, il est recommandé que la méthode soit exactement spécifiée et que les résultats soient présentés conformément aux prescriptions de la présente partie de l'ISO 4665 (voir chapitre 8).

Néanmoins, la variation dans la distribution spectrale ultraviolette, et les hautes températures en particulier, peuvent donner des résultats complètement erronés, même en essai de contrôle, et ne devraient pas être utilisées sauf dans les cas où une corrélation satisfaisante a été établie pour le produit particulier concerné.

## Annexe B

### Emploi d'étalons de laine bleue pour mesurer la quantité d'énergie lumineuse

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### B.1 Généralités

Les étalons de laine bleue ont été mis au point pour l'essai des textiles et, historiquement, ont été utilisés avec les caoutchoucs en raison de leur disponibilité. Les durées d'exposition des caoutchoucs devant être généralement plus longues que celles utilisées normalement dans l'essai de stabilité à la lumière des textiles, on a été amené à utiliser des expositions successives de l'étalon n° 7.

En raison des différences connues entre la sensibilité spectrale des différentes teintes de bleu et des différences importantes de répartition d'énergie spectrale des diverses sources de lumière artificielle, la validité des étalons de laine bleue pour cet usage est très douteuse. Toutefois, du fait de leur disponibilité facile et de la masse des données basées sur leur emploi, ils sont encore utilisés dans les essais d'exposition sur les caoutchoucs.

#### B.2 Mode opératoire

Exposer en même temps un jeu d'étalons de laine bleue (ISO 105), comprenant une bande de chacun des n° 1 à 7.

Utiliser les étalons pour déterminer les niveaux de quantités d'énergie lumineuse (niveaux d'exposition), en accord avec le tableau 2 en comparant les différences de couleur entre les étalons bleus exposés et non exposés avec le contraste n° 4 de l'échelle de gris comme spécifié dans l'ISO 105, section A02. On atteint ainsi le niveau 1/1, lorsque l'étalon 1 donne un contraste égal au n° 4 de l'échelle de gris et le niveau 2/1, lorsque l'étalon 2 donne le même contraste, et ainsi de suite jusqu'au niveau 7/1 qui donne un contraste de 4 dans l'échelle de gris.

NOTE — La durée du niveau 7/1 est d'environ 1 an à la lumière naturelle du jour en climat tempéré.

Examiner les étalons bleus aussi souvent que nécessaire, pour déterminer à quel moment chacun des niveaux d'exposition est atteint.

Au niveau 7/1, éliminer les étalons bleus utilisés, monter un deuxième étalon 7 neuf et continuer l'exposition jusqu'à ce que ce deuxième étalon donne, avec l'étalon 7 non exposé, un contraste égal à 4 dans l'échelle de gris. Ce niveau est désigné par 7/2.

Éliminer le deuxième étalon 7 à son tour et monter un troisième étalon 7 neuf. Le niveau 7/3 est atteint quand cet étalon, à son tour, donne un contraste égal à 4.

Répéter cette opération aussi souvent que nécessaire, ce qui fournit les niveaux 7/4 à 7/n (voir cependant 7.3).

Tableau 2 — Niveaux d'exposition

Niveau	Description
1/1	Étalon bleu n° 1 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
2/1	Étalon bleu n° 2 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
3/1	Étalon bleu n° 3 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
4/1	Étalon bleu n° 4 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
5/1	Étalon bleu n° 5 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
6/1	Étalon bleu n° 6 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
7/1	Premier étalon bleu n° 7 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
7/2	Deuxième étalon bleu n° 7 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris
7/n	n <sup>ème</sup> étalon bleu n° 7 au contraste de degré 4 de l'échelle de gris