

---

# Norme internationale



# 6914

---

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

---

## Caoutchouc vulcanisé — Détermination des caractéristiques de vieillissement par mesurage de la contrainte à un allongement donné

*Rubber, vulcanized — Determination of ageing characteristics by measurement of stress at a given elongation*

Première édition — 1985-04-15

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985>

---

CDU 678.063 : 620.172.21 : 620.193.918

Réf. n° : ISO 6914-1985 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai de relaxation de contrainte, détermination, vieillissement.

## 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 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 6914 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45.  
*Elastomères et produits à base d'élastomères.*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985>

# Caoutchouc vulcanisé — Détermination des caractéristiques de vieillissement par mesurage de la contrainte à un allongement donné

## 0 Introduction

La contrainte dans une éprouvette de caoutchouc à un allongement donné varie en fonction du temps par suite d'une combinaison de phénomènes physiques et chimiques simultanés. Les phénomènes chimiques prédominent dans le cas d'éprouvettes exposées à une atmosphère contenant de l'oxygène, à température élevée pendant des périodes relativement longues. Ainsi, les caractéristiques de vieillissement du caoutchouc vulcanisé peuvent être déterminées par mesurage de la variation de la contrainte dans une éprouvette mince déformée en tension après des périodes d'exposition dans de telles conditions.

Il existe deux variantes de la technique. Les mesurages de la contrainte peuvent être effectués soit

- a) dans des conditions de déformation continue, soit
- b) dans des conditions de déformation intermittente.

Dans le cas a), conditions de déformation continue, l'éprouvette est maintenue en extension pendant toute la période de vieillissement dans l'étuve. Dans le cas b), conditions de déformation intermittente, l'éprouvette est soumise au vieillissement dans l'étuve à l'état non étiré, mais, à intervalles périodiques, elle est étirée jusqu'à une longueur fixée pendant un temps court afin de déterminer la contrainte. Donc, cette dernière méthode est une mesure de la variation du module en fonction du temps.

Dans une seconde version de l'essai intermittent, l'éprouvette est retirée périodiquement de l'atmosphère de vieillissement accéléré et la contrainte est mesurée dans les conditions normales de laboratoire. L'avantage de cette méthode est de ne pas nécessiter l'emploi d'un appareil spécial puisque le mesurage de la contrainte peut être effectué à l'aide d'une machine d'essai de traction courante (voir note 1).

Les mesurages réalisés conformément aux méthodes décrites dans la présente Norme internationale fournissent des informations sur les changements de structure qui se produisent dans le caoutchouc au cours du vieillissement.

Dans les conditions de déformation continue, lorsque les phénomènes de relaxation physique ne sont pas dominants, la baisse de contrainte fournit une mesure des réactions de scis-

sion par dégradation dans le réseau. Tous les nouveaux réseaux formés par suite des réactions de réticulation sont considérés comme étant en équilibre, à la déformation d'essai, avec le réseau principal, et n'imposent donc pas de nouvelles contraintes (voir note 2).

Dans les conditions de déformation intermittente, la baisse de contrainte fournit une mesure de l'effet global des réactions de scission par dégradation et des réactions de réticulation.

La validité des méthodes décrites dans la présente Norme internationale dépend de l'uniformité de la dégradation du caoutchouc. Pour cette raison, l'épaisseur des éprouvettes utilisées est de 1,0 mm afin que soit minimisée l'influence de la diffusion de l'oxygène sur le vieillissement.

La variation de la contrainte peut être d'un intérêt immédiat, mais la résistance relative du caoutchouc au vieillissement dépendra des propriétés mesurées ou requises par l'application.

Par conséquent, la présente Norme internationale doit être considérée comme un complément à l'ISO 188. En outre, il faut établir une distinction entre cet essai et les essais de variation de contrainte en compression spécifiés dans l'ISO 3384<sup>1)</sup> et l'ISO 6056<sup>2)</sup> qui sont essentiellement destinés à des caoutchoucs dans les applications comme les joints d'étanchéité, où la résistance à la relaxation de contrainte est une propriété fonctionnelle.

## NOTES

1) Les expressions «relaxation de contrainte continue» et «relaxation de contrainte intermittente» sont couramment utilisées pour décrire les deux principales variantes de la technique. Cette dernière expression, «relaxation de contrainte intermittente», est une mauvaise dénomination puisqu'il ne se produit pas de vraie relaxation de la contrainte et qu'effectivement la contrainte mesurée peut augmenter avec le temps. Pour cette raison, l'emploi de l'expression a été évité dans la présente Norme internationale, bien qu'il soit assez répandu dans la littérature.

2) Même dans les conditions favorables aux phénomènes chimiques, une certaine relaxation physique peut se produire. Son importance dépend des caractéristiques viscoélastiques du caoutchouc et des conditions d'essai, et il est nécessaire d'être prudent dans l'interprétation des résultats. La relaxation physique est accrue par les charges et est plus apparente pour les durées courtes et pour les températures plus basses. Elle s'avère souvent proportionnelle au logarithme du temps et est moins sensible à la température que la relaxation chimique.

1) ISO 3384, *Caoutchoucs vulcanisés — Détermination de la relaxation de contrainte en compression aux températures normales et élevées.*

2) ISO 6056, *Caoutchoucs vulcanisés — Détermination de la relaxation de contrainte en compression (anneaux).*

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes de mesurage de la variation de la contrainte dans une éprouvette à un allongement donné en vue de déterminer les caractéristiques de vieillissement du caoutchouc vulcanisé.

La méthode A est prévue pour le mesurage dans les conditions de déformation continue tandis que la méthode B est utilisée de préférence pour le mesurage dans les conditions de déformation intermittente. Dans les deux cas, un appareil de mesure de la contrainte est utilisé pour enregistrer la contrainte à la température de vieillissement.

La méthode C est une variante de la méthode B pour le mesurage dans les conditions de déformation intermittente, dans laquelle l'éprouvette est retirée du milieu de vieillissement pour mesurer la contrainte à la température normale de laboratoire.

Des mesurages effectués à une seule température élevée de vieillissement peuvent servir pour le contrôle de qualité en tant que mesure de la résistance au vieillissement à la chaleur. Des mesurages effectués à un certain nombre de températures peuvent servir en recherche et développement pour estimer les caractéristiques de vieillissement à long terme.

Aucune concordance ne doit être recherchée entre les trois méthodes. La méthode à utiliser dépend de l'objet de l'essai.

## 2 Références

ISO 188, *Caoutchouc vulcanisé — Essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur.*

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 — Spécifications.*

ISO 5893, *Plastiques et caoutchouc — Appareils d'essai de tension, de flexibilité et de compression (translation constante).<sup>1)</sup>*

## 3 Appareillage

### 3.1 Appareil de mesure de contrainte (pour les méthodes A et B)

L'appareil de mesure de contrainte doit comporter deux mâchoires qui maintiennent sans glissement l'éprouvette à une longueur déterminée, et un moyen de mesure et d'enregistrement de la force dans l'éprouvette. Les mâchoires doivent être disposées de façon que l'éprouvette puisse être positionnée dans une étuve.

Le système de mesure de la force peut être, par exemple, un ressort calibré ou un capteur électronique, mais il doit être juste et stable à  $\pm 2\%$  de la force lue pendant la durée de l'expérience.

Pour la méthode B, la machine de contrainte doit, en outre, être équipée d'un dispositif tel que l'éprouvette puisse être étirée et relâchée par intervalles de temps. L'extension répétée de l'éprouvette doit être constante à  $\pm 2\%$  de l'allongement appliqué.

### 3.2 Machine de traction (pour la méthode C)

La force doit être mesurée avec une machine de traction à vitesse de déplacement constante, conforme aux spécifications de l'ISO 5893, classe B, et fonctionnant à 50 mm/min. La machine doit être capable de cycles entre des limites de déformation déterminées, précis à  $\pm 2\%$  de la déformation maximale. Les mâchoires de la machine de traction doivent maintenir l'éprouvette sans glissement.

### 3.3 Étuve

L'éprouvette doit être vieillie dans une étuve conforme aux spécifications de l'ISO 188. On doit s'assurer avant chaque essai que l'étuve est propre et que les parois ne sont pas souillées par des substances volatiles.

## 4 Éprouvettes

### 4.1 Dimensions

Les éprouvettes doivent être des bandes aux côtés parallèles, découpées dans une feuille. Il est capital, pour les essais décrits dans la présente Norme internationale, d'assurer une dégradation uniforme dans le caoutchouc. C'est pourquoi l'épaisseur des éprouvettes doit être de  $1,0 \pm 0,05$  mm, afin de minimiser l'effet de la diffusion de l'oxygène sur le vieillissement.

NOTE — On peut employer des échantillons d'épaisseur uniforme de moins de 1,0 mm, mais ceux-ci peuvent donner des résultats différents.

Les autres dimensions des éprouvettes, c'est-à-dire la largeur et la longueur doivent être choisies en tenant compte de la sensibilité du dispositif de mesure des charges et de la précision du mécanisme de réglage de la déformation, afin de satisfaire aux exigences de 3.1 et 3.2 relatives à la précision de la force et de la déformation. En l'absence d'autres considérations, les dimensions des éprouvettes sont de préférence

- a) pour les méthodes A et B : largeur  $4 \pm 0,1$  mm,  
longueur  $80 \pm 1$  mm;
- b) pour la méthode C : largeur  $10 \pm 0,2$  mm,  
longueur  $150 \pm 1$  mm.

### 4.2 Nombre

Pour chaque matériau, un minimum de trois éprouvettes doit être utilisé pour chaque température d'essai.

1) Actuellement au stade de projet

## 5 Stockage et conditionnement

L'intervalle de temps entre vulcanisation et essai doit être conforme à l'ISO 1826.

Dans l'intervalle entre vulcanisation et essai, le matériau et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière aussi bien que possible. Il ne faut pas les laisser venir en contact avec des feuilles et des éprouvettes de composition différente, afin d'empêcher les additifs qui peuvent affecter le vieillissement, comme les antioxydants, de migrer d'un vulcanisat dans les vulcanisats voisins.

Les éprouvettes découpées doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai durant au moins 3 h à une température normale de laboratoire.

## 6 Conditions d'essai

### 6.1 Durée de l'essai

La durée de l'essai doit être choisie de préférence dans la série 1; 2; 4; 8; 24; 72 et 168 h et des multiples de 7 jours. Pour les méthodes A et B, la période d'essai doit être considérée comme étant commencée quand est effectué le mesurage de la force initiale. Pour la méthode C, la période d'essai doit être considérée comme étant le temps de séjour dans l'étuve et exclut le temps de refroidissement et de mesurage de force.

L'essai peut également être arrêté lorsque la contrainte, exprimée par le rapport  $f_t/f_0$ , atteint une valeur prédéterminée (par exemple 0,5).

### 6.2 Température d'exposition

Le matériau à essayer doit être examiné de préférence à une série de températures à intervalles d'environ 10 °C. Si les éprouvettes sont exposées à une seule température, celle-ci doit être choisie parmi les températures suivantes, prises dans la liste de l'ISO 471 :

70 ± 1 °C	175 ± 2 °C
85 ± 1 °C	200 ± 2 °C
100 ± 1 °C	225 ± 2 °C
125 ± 2 °C	250 ± 2 °C
150 ± 2 °C	

NOTE — À mesure que la température augmente, le temps d'exposition doit être réduit. En outre, il faut savoir que plus la disparité est grande entre conditions de vieillissement et de service, moins la corrélation est fiable entre vieillissement et durée en service.

## 7 Mode opératoire

NOTE — Pour les trois méthodes, un allongement plus petit, de (20 ± 2) %, peut être employé au lieu de (50 ± 5) %.

### 7.1 Méthode A

Monter l'éprouvette à l'état non déformé dans les mâchoires préchauffées. Mettre en place les mâchoires et l'éprouvette dans l'étuve préchauffée à la température d'essai. Après 5 ± 0,5 min, étirer l'éprouvette, en pas plus de 1 min, à un allongement compris entre 45 % et 55 % et la maintenir à cette valeur à 2 % près. La force initiale ( $f_0$ ) est celle mesurée 5 ± 0,5 min après l'étirement de l'éprouvette. Enregistrer la force qui s'exerce sur l'éprouvette en fonction du temps pendant la durée de l'essai. À la fin de l'essai, regarder si les surfaces de l'éprouvette étirée présentent des signes de craquelage, à l'aide d'une loupe de grossissement environ X 7. S'il existe des craquelures, le mentionner dans le procès-verbal d'essai.

NOTE — Avec certains types de caoutchouc, une relaxation de contrainte peut venir s'ajouter à celle due à l'oxygène et à la chaleur, par suite de l'attaque de la surface par des traces d'ozone atmosphérique. Le craquelage peut fausser l'essai et être responsable de variations entre les mesures.

### 7.2 Méthode B

Monter l'éprouvette à l'état non déformé dans les mâchoires préchauffées. Mettre en place les mâchoires et l'éprouvette dans l'étuve préchauffée à la température d'essai. Après 5 ± 0,5 min, mesurer la force initiale en étirant l'éprouvette, en pas plus de 2 s, à un allongement compris entre 45 % et 55 %, et la maintenir à cette valeur à 2 % près durant 10 ± 1 s. Noter la force et laisser revenir l'éprouvette à l'état non déformé. Répéter le mesurage de la force toutes les heures après avoir de nouveau étiré l'éprouvette à 2 % de l'allongement appliqué initialement.

NOTE — On peut prendre d'autres intervalles de temps entre les mesurages de la force, à condition de les mentionner dans le procès-verbal d'essai.

### 7.3 Méthode C

Monter l'éprouvette à l'état non déformé dans les mâchoires de la machine de traction. Régler la machine pour que la vitesse de séparation des mâchoires soit de 50 mm/min. Étirer l'éprouvette à une longueur déterminée qui correspond à un allongement compris entre 45 % et 55 %, l'allongement réel étant connu à 2 % de cet allongement, puis relâcher l'éprouvette. Répéter tout de suite le cycle de déformation cinq fois. La force initiale ( $f_0$ ) est celle mesurée pendant le cinquième cycle. Retirer l'éprouvette de la machine de traction.

Placer l'éprouvette non déformée dans l'étuve à la température d'essai requise. Après 24 h, sortir l'éprouvette et la laisser refroidir à température normale de laboratoire durant 30 ± 5 min. Monter l'éprouvette sur la machine de traction et répéter cinq fois le cycle de déformation à 2 % de l'allongement initial. Pour la détermination, il n'y a pas à tenir compte des changements de longueur de l'éprouvette résultant des cycles ou du vieillissement. Noter la force ( $f_t$ ) mesurée au cinquième cycle. Remettre l'éprouvette dans l'étuve dans les 2 h qui suivent sa sortie pour l'essai. Répéter le mesurage à intervalles de 24 h. Si la variation de contrainte est faible, choisir le temps de mesurage dans la série 1; 3; 7 jours et des multiples de 7 jours.

## 8 Expression des résultats

La rétention de contrainte après le temps  $t$  est donnée par la formule

$$\frac{f_t}{f_0}$$

Les résultats doivent être présentés de préférence sous forme d'une courbe  $f_t/f_0$  en fonction du temps  $t$ .

On peut donner la valeur  $f_t/f_0$  à un temps déterminé, ou autrement, le temps nécessaire pour atteindre une valeur déterminée de  $f_t/f_0$  peut être donné.

## 9 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 sur le mélange, le temps et la température de vulcanisation, le cas échéant,

3) méthode de préparation des éprouvettes à partir de l'échantillon;

b) méthode et détails concernant l'essai :

- 1) numéro de la présente Norme internationale,
- 2) méthode utilisée (A, B ou C),
- 3) température normale de laboratoire,
- 4) durée et température d'exposition,
- 5) type et dimensions des éprouvettes,
- 6) allongement de l'éprouvette,
- 7) description et principe du dispositif d'essai, y compris l'étuve,
- 8) détails de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale;

c) résultats de l'essai :

- 1) nombre d'éprouvettes essayées,
- 2) valeur médiane des résultats d'essai, exprimés suivant le chapitre 8;
- d) date de l'essai.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 6914:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6914:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 6914:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8377cb-c9e3-4d1d-a5dc-09f2df153c5e/iso-6914-1985>