
Norme internationale



6943

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

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la fatigue en traction

Rubber, vulcanized — Determination of tension fatigue

Première édition — 1984-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6943:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8825e213-3b38-489f-a893-6fcebbff15e2/iso-6943-1984>

CDU 687.063 : 620.178.3

Réf. n° : ISO 6943-1984 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai de fatigue, essai de traction, détermination, résistance à la fatigue.

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 6943 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

[ISO 6943:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8825e213-3b38-489f-a893-6fcebff15e2/iso-6943-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8825e213-3b38-489f-a893-6fcebff15e2/iso-6943-1984>

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la fatigue en traction

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode d'essai pour déterminer la résistance des caoutchouc vulcanisés à la fatigue sous déformations en tractions répétées, la taille de l'éprouvette et la fréquence des cycles étant telles qu'il y a eu ou pas d'augmentation de la température. Dans ces conditions, la rupture résulte de la propagation d'une craquelure qui finalement rompt l'éprouvette.

La méthode est limitée à des déformations répétées dans lesquelles l'éprouvette est relâchée à la déformation zéro pendant une partie de chaque cycle. Des phénomènes de fatigue analogues peuvent se produire sous des déformations répétées qui ne passent pas pour une déformation zéro et aussi, dans certains caoutchoucs, sous déformation statique, mais la présente Norme internationale ne s'applique pas à ces conditions.

La méthode est appropriée pour les caoutchoucs qui ont des propriétés de contrainte-déformation raisonnablement stables, du moins après une certaine durée de fatigue, et ne présentent pas de rémanence ou de diminution exagérée de la contrainte, ou un comportement hautement visqueux. Les matériaux qui ne répondent pas à ces critères peuvent entraîner des difficultés considérables, tant du point de vue expérimental qu'interprétation. Par exemple, pour un caoutchouc qui présente un taux de rémanence important pendant l'essai de fatigue, l'allongement d'essai sera mal défini et la durée de vie de fatigue est susceptible de différer notablement sous charge maximale constante et sous allongement maximal constant; aucun travail de base ne permet d'interpréter les résultats obtenus avec un tel caoutchouc, ou de les comparer avec ceux obtenus avec d'autres caoutchouc. On peut considérer de façon générale qu'un caoutchouc pour lequel la rémanence, établie conformément à 8.5 et 9.2, dépasse 10 % doit en principe entrer dans cette catégorie. Des considérations similaires s'appliquent lorsqu'il s'agit d'autres changements du comportement élastique pendant l'essai.

Il faut faire une distinction entre cet essai de fatigue et les essais au flexomètre décrits dans l'ISO 4666/1 à 3, où la dégradation par fatigue se produit sous l'action simultanée de la contrainte et de la température.

Par rapport aux essais de craquelage en flexion de Mattia et de propagation d'une entaille (voir ISO 132 et ISO 133), cet essai présente les avantages suivants. Il donne des résultats quantitatifs qui ne dépendent pas de l'interprétation de l'opérateur et qui peuvent être enregistrés automatiquement. La déformation initiale est nettement définie et peut être facilement modifiée pour convenir à différentes explications.

Il est nécessaire d'être très prudent lorsqu'on tente de relier les résultats des essais normalisés aux performances en service, étant donné que la résistance à la fatigue comparative de différents vulcanisats peut varier selon les conditions d'essai utilisées et selon la base servant à comparer les résultats. Des indications sur le choix des conditions d'essai et sur l'interprétation sont données dans l'annexe.

2 Références

ISO 37, *Caoutchouc vulcanisé — Essai de traction-allongement.*

ISO 132, *Élastomères vulcanisés — Détermination de la résistance au craquelage par flexion (machine du type De Mattia).*

ISO 133, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la résistance au développement d'une craquelure (De Mattia).*

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 4648, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination des dimensions des éprouvettes et des produits en vue des essais.*

ISO 4661, *Caoutchouc — Préparation des éprouvettes.*

ISO 4666, *Caoutchouc vulcanisé — Détermination de l'élévation de température et de la résistance à la fatigue dans les essais aux flexomètres —*

Partie 1: Principes fondamentaux.

Partie 2: Flexomètre à rotation.

Partie 3: Flexomètre à compression.

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 durée de vie de fatigue: Nombre de cycles nécessaires pour rompre une éprouvette soumise à des déformations répétées sous un allongement imposé.

3.2 fatigue de traction: Rupture, par propagation de craquelures, d'un élément ou d'une éprouvette soumise à des déformations en traction répétées.

4 Principe

Des éprouvettes en forme d'haltère ou d'anneau subissent des déformations répétées en simple extension jusqu'à rupture. Les éprouvettes sont relâchées à la déformation zéro pendant une partie de chaque cycle. Le nombre de cycles de déformation jusqu'à rupture, défini comme étant la durée de vie de fatigue, est fonction de la déformation maximale et, le cas échéant, de la contrainte ou de la densité d'énergie de déformation maximales imposées pendant l'essai.

5 Appareillage

5.1 Machine d'essai de fatigue

La machine d'essai de fatigue doit permettre un mouvement de va-et-vient à une fréquence qui doit se situer normalement dans l'intervalle 1 à 5 Hz.

Pour les essais sur éprouvettes haltères, la machine doit être munie de mâchoires qui serrent l'éprouvette assez solidement pour l'empêcher de glisser, indépendamment de l'importance de la déformation appliquée.

Pour les essais sur éprouvettes annulaires, chaque poste de la machine doit être équipé de deux paires de galets, dont l'une est fixée au bâti de la machine et l'autre à la partie animée du mouvement de va-et-vient. Pour minimiser le frottement, les galets doivent être faits en acier inoxydable ou plaqué chromé, bien polis, et munis de roulement à bille. La disposition des galets doit être telle que les éprouvettes soient maintenues fermement en place sur les galets pendant toute la durée de l'essai.

Le mouvement de la machine et la position des mâchoires ou des galets doivent être réglables pour permettre d'essayer toute une gamme de déformation. Dans tous les cas, l'éprouvette doit être ramenée à la déformation zéro pendant une partie de chaque cycle.

Les mâchoires ou les galets doivent de préférence être munis de contacts ou autres moyens de comptage pour enregistrer le nombre de cycles à la rupture de chaque éprouvette.

Si l'on veut déterminer la contrainte maximale du cycle, il faut prévoir des moyens manuels ou automatiques de mesurage de la charge. Les caractéristiques de contrainte-allongement et l'énergie d'allongement dans les conditions d'essai peuvent être déterminées pour des anneaux si l'on dispose d'un équipement automatique pour mesurer la contrainte-déformation. Sinon, et pour des éprouvettes haltères, les propriétés de contrainte-allongement peuvent être déterminées séparément à l'aide d'une machine d'essai de traction conventionnelle.

5.2 Emporte-pièce et outils de découpe

Tous les emporte-pièces et outils de découpe utilisés doivent être fabriqués et entretenus conformément à l'ISO 4661.

La durée de vie de fatigue étant sensible à la présence d'amorces, il est essentiel que les emporte-pièces ou outils de découpe utilisés pour préparer les éprouvettes soient entretenus avec soin, afin que les arêtes de coupe soient tranchantes et non ébréchées. Des essais de contrôle, sur un caoutchouc usuel, doivent être effectués régulièrement pour vérifier le tranchant. Toute trace d'huile doit être éliminée de l'outil de découpe après affûtage.

5.3 Marqueur

Si l'on utilise un marqueur pour tracer les traits repères sur les éprouvettes haltères, il doit avoir deux bords parallèles. Ceux-ci doivent être meulés pour être polis et droits, larges de 0,05 à 0,10 mm au bord et biseautés à un angle qui ne soit pas supérieur à 15°.

L'outil de marquage ne doit pas endommager la surface du caoutchouc.

5.4 Substance de marquage

La substance utilisée pour le marquage ne doit avoir aucun effet nocif sur le caoutchouc et avoir une couleur contrastante.

5.5 Instruments de mesure

L'instrument de mesurage de l'épaisseur des éprouvettes haltères (et de l'épaisseur axiale des éprouvettes annulaires) doit être conforme à l'ISO 4648, donc être principalement constitué d'un comparateur à cadran micrométrique ayant un pied circulaire qui ne dépasse pas de la surface du caoutchouc où est effectué le mesurage; il doit exercer une pression de 22 ± 5 kPa¹⁾.

Des pieds à coulisse, microscope à déplacement ou autre moyen approprié doivent être prévus pour mesurer les autres dimensions des éprouvettes. Il est recommandé d'utiliser un tri-boulet pour mesurer le diamètre intérieur et la circonférence intérieure des éprouvettes annulaires.

6 Éprouvettes

6.1 Dimensions

Les éprouvettes normalisées doivent être des haltères ou des anneaux dont les dimensions sont dans les limites indiquées ci-après. Toute éprouvette présentant des irrégularités ou des imperfections doit être éliminée.

6.1.1 Éprouvettes haltères

Les éprouvettes haltères et les emporte-pièces utilisés pour les découper doivent être tels que représentés à la figure 1. Les emporte-pièces doivent avoir les dimensions indiquées dans le tableau 1. La longueur de référence (distance entre les traits repères tracés) doit être de 25 mm pour l'éprouvette du type 1 et de 20 mm pour celle du type 2. Les côtés parallèles de la par-

1) 1 kPa = 1 kN/m²

tie ainsi délimitée doivent être équidistants du centre de l'éprouvette. Les attaches peuvent comporter des bourrelets pour faciliter le positionnement.

NOTE — Les emporte-pièces sont identiques à ceux spécifiés pour les éprouvettes haltères type 1 et type 2 dans l'ISO 37 pour l'essai de traction-allongement.

L'épaisseur préférée pour les deux types d'haltères est de $1,5 \pm 0,2$ mm. Dans aucune des haltères, l'épaisseur de la partie étroite ne doit s'écarter de plus de 2 % de la moyenne. Si l'on compare les résultats pour deux lots d'haltères, l'épaisseur moyenne d'un lot doit être à 10 % près celle de l'autre.

NOTE — La durée de vie de fatigue dépend de l'épaisseur de l'éprouvette et il a été démontré que c'est pour une épaisseur de 1,5 mm que la durée de vie est la moins sujette aux variations de cette dimension. Si nécessaire, on peut utiliser une autre épaisseur, soit $2,0 \pm 0,2$ mm, à condition de l'indiquer dans le procès-verbal d'essai, mais il se peut alors que les résultats soient différents.

Les haltères doivent être découpés dans la feuille à l'aide d'un emporte-pièce et d'un seul coup. Le caoutchouc doit être posé sur une plaque d'un matériau légèrement souple (par exemple carton ou polyéthylène) placé sur une surface plane et rigide; la partie de la plaque support située sous l'emporte-pièce ne doit comporter ni coupures ni autres imperfections. Il est indispensable de s'assurer que le caoutchouc est isotrope et ne comporte aucune contrainte intrinsèque (dans le cas contraire, il se produirait des variations très importantes de la durée de vie de fatigue); s'il existe le moindre doute, faire des essais de contrainte-déformation et des essais de fatigue avec des éprouvettes découpées dans des directions différentes ou en des points différents de la feuille. Toute feuille présentant de telles imperfections doit être éliminée, sauf s'il s'agit d'examiner les effets de l'anisotropie ou du « grain », auquel cas leur importance et leur direction doivent être spécifiées et indiquées dans le procès-verbal d'essai.

6.1.2 Éprouvettes annulaires

L'éprouvette annulaire normalisée doit avoir un diamètre nominal intérieur de 44,6 mm et extérieur de 52,6 mm, ce qui donne une largeur radiale nominale de 4 mm; la largeur radiale ne doit pas s'en écarter de plus de 0,2 mm. L'épaisseur axiale doit être de $1,5 \pm 0,2$ mm et aucun des anneaux ne doit avoir une épaisseur s'écartant de la moyenne de plus de 2 %.

NOTE — En ce qui concerne les diamètres intérieurs et extérieurs, et la tolérance sur la largeur radiale, l'éprouvette annulaire normalisée est identique à l'éprouvette anneau à dimensions normales spécifiée dans l'ISO 37.

D'autres épaisseurs axiales et largeurs radiales peuvent être utilisées, à condition de les indiquer dans le procès-verbal d'essai. Ces variantes comprennent une épaisseur axiale de $2,0 \pm 0,2$ mm et l'emploi d'un anneau de $2,0 \pm 0,2$ mm de largeur radiale et de $3,0 \pm 0,2$ mm d'épaisseur axiale, celle-ci étant découpée dans une plaque de 3 mm d'épaisseur, ou coupée en deux dans une plaque de 6 mm d'épaisseur. Noter qu'un changement dans les dimensions peut modifier la distribution des contraintes dans la section transversale de l'éprouvette déformée et donc conduire à des résultats différents. Les comparaisons ne doivent être faites qu'entre des éprouvettes de mêmes dimensions.

Les anneaux doivent être préparés dans une feuille, soit à l'emporte-pièce, soit par découpage au couteau rotatif; dans ce

dernier cas, on peut utiliser l'eau comme lubrifiant, mais il faut minimiser le contact et laisser sécher à fond le caoutchouc avant l'essai. On doit utiliser un support, comme pour les haltères, et s'assurer de la même manière que la feuille est isotrope et homogène.

6.2 Nombre d'éprouvettes

Le nombre d'éprouvettes nécessaires à la détermination de la durée de vie de fatigue à chaque déformation essayée dépend du but de l'essai et de la variabilité inhérente des matériaux soumis à l'examen. Au moins cinq éprouvettes doivent être soumises à l'essai dans le cas de mesurages effectués pour un contrôle de qualité de routine sur des matériaux déjà bien caractérisés. Pour d'autres cas, et en particulier pour des caoutchoucs présentant une grande variabilité, il peut être nécessaire d'utiliser un grand nombre d'éprouvettes pour obtenir un résultat représentatif (voir 9.1).

Il peut être nécessaire d'utiliser des éprouvettes supplémentaires pour déterminer la contrainte, la densité d'énergie de déformation et la rémanence produite pendant l'essai.

6.3 Stockage et conditionnement

Quel que soit le but des essais, le délai minimal entre vulcanisation et essai doit être de 16 h, conformément à l'ISO 1826; le délai maximal doit être de 4 semaines, sauf si des circonstances particulières en décident autrement (par exemple l'étude de l'influence du vieillissement).

Les feuilles d'essai et les éprouvettes doivent être stockées à l'obscurité à une température normale de laboratoire (voir ISO 471). Elles ne doivent jamais venir au contact de feuilles d'essai et d'éprouvettes ayant une composition différente. Cette condition est indispensable pour empêcher les additifs qui peuvent affecter la durée de vie de fatigue, comme les antioxydants, de migrer d'un vulcanisat dans les vulcanisats voisins.

Pour des essais à une température normale de laboratoire, les éprouvettes doivent être conditionnées à ladite température durant un minimum de 3 h juste avant l'essai (conformément à l'ISO 471). Pour des essais à d'autres températures, les éprouvettes doivent être conditionnées à la température d'essai juste avant l'essai pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre de température.

Pour des essais comparatifs, la durée et la température de stockage ainsi que le conditionnement doivent être identiques.

7 Conditions d'essai

7.1 Déformations d'essai

Le choix et le nombre de déformations dépend de l'objectif ou de l'application. Pour les éprouvettes ramenées à la déformation zéro, la déformation d'essai est la déformation initiale maximale imposée pendant le cycle et, dans de nombreux cas, elle se situera dans l'intervalle d'allongement 50 % à 125 %. Des déformations plus faibles ou plus élevées peuvent être utilisées.

Il est fortement recommandé d'effectuer des essais à plusieurs déformations d'essai, de manière à pouvoir déterminer la variation de la durée de vie de fatigue en fonction de la déformation et, si nécessaire, de la contrainte maximale ou de la densité d'énergie de déformation imposées pendant le cycle. À cet effet, il est recommandé d'utiliser au moins quatre déformations d'essai. Les intervalles de déformation nécessaires dépendant alors de la plage couverte et de la vitesse à laquelle la durée de vie de fatigue varie avec la déformation située dans cette plage; à titre indicatif, on suggère des intervalles de 25 %, mais des intervalles plus étroits ou plus larges peuvent être utilisés. Il est recommandé de faire tout d'abord l'essai à la déformation maximale la plus élevée et de diminuer ensuite progressivement la déformation d'essai.

L'éprouvette doit revenir à la déformation zéro pendant une partie de chaque cycle.

7.2 Fréquence d'essai

La fréquence des cycles doit être normalement de 1 à 5 Hz, mais d'autres fréquences peuvent être utilisées pour des objectifs particuliers.

Pour des essais comparatifs, la fréquence doit être la même.

NOTE — On a trouvé que la durée de vie de fatigue n'est pas très influencée par la fréquence dans l'intervalle 1 à 5 Hz.

7.3 Température d'essai

Les essais doivent normalement être effectués à une température normale de laboratoire. Si besoin est, pour des applications particulières, on peut utiliser d'autres températures qui doivent toutefois être choisies dans la liste donnée dans l'ISO 471.

NOTE — Il est nécessaire d'être prudent quant à l'emploi d'une température extrême; par exemple, aux températures élevées, la rémanence développée pendant les cycles peut être très importante et influencer beaucoup les résultats.

7.4 Atmosphère d'essai

Normalement, l'essai ne doit pas être effectué dans une pièce où se trouve un appareil générateur d'ozone, comme par exemple une lampe fluorescente, ou dans laquelle pour toute autre raison, la concentration d'ozone est supérieure à celle de l'air normal en intérieur. Le moteur utilisé pour entraîner la machine d'essai doit être d'un type non générateur d'ozone.

NOTE — Il est conseillé de faire des vérifications périodiques pour s'assurer que le taux volumique d'ozone ambiante est de préférence inférieure à 1 partie pour 10 millions de parties d'air. Lorsque ces conditions sont respectées, la durée de vie de fatigue n'est pas notablement influencée par la concentration d'ozone, sauf aux déformations voisines de, ou inférieures à la limite de fatigue mécanique du matériau à l'essai (voir l'annexe).

8 Mode opératoire

8.1 Marquage des éprouvettes haltères

Tracer, sur chaque éprouvette, des traits repères à l'aide du marqueur décrit en 5.3 et 5.4. Ces traits doivent être tracés sur

l'éprouvette à l'état non déformé et qui ne doit pas avoir été déformée auparavant. Les traits repères ne doivent pas avoir plus de 0,5 mm de largeur et doivent être tracés sur la partie étroite de l'éprouvette et faire des angles droits avec les bords de celle-ci et être équidistants de son centre.

8.2 Mesurage des éprouvettes

8.2.1 Éprouvettes haltères

Mesurer l'épaisseur de chaque éprouvette en son centre et à chaque extrémité de la longueur de référence, à l'aide de la jauge d'épaisseur décrite en 5.5. La largeur de l'éprouvette doit être supposée égale à la largeur entre les arêtes de coupe de la partie centrale étroite de l'emporte-pièce. Dans ce cas, la largeur de cette partie de l'emporte-pièce doit être mesurée à 0,05 mm près. Utiliser la valeur moyenne de chaque série de mesures pour calculer l'aire de la section transversale.

À l'aide de pieds à coulisse ou d'autres moyens, mesurer la distance entre les milieux des traits repères à 0,2 mm près. L'éprouvette doit être à l'état non déformé et ne doit pas avoir été déformée avant le mesurage.

8.2.2 Éprouvettes annulaires

Mesurer la largeur radiale et l'épaisseur axiale en six points approximativement équidistants sur le pourtour de l'anneau, à l'aide des instruments décrits en 5.5. Utiliser la valeur moyenne de chaque série de mesures pour calculer l'aire de la section transversale.

Mesurer le diamètre intérieur à 0,2 mm près, de préférence au moyen d'un triboulet approprié. La circonférence intérieure initiale à l'état non déformé l_0 et la circonférence moyenne l doivent être calculées suivant les équations

$$l_0 = \pi d_i$$

$$l = \pi (d_i + W_r)$$

où

d_i est le diamètre intérieur;

W_r est la largeur radiale.

8.3 Mise en place des éprouvettes dans la machine d'essai de fatigue

8.3.1 Éprouvettes haltères

Insérer chaque éprouvette, à l'état non déformé, dans les mâchoires de la machine d'essai. Prendre soin de ne pas trop serrer les mâchoires; sinon, il pourrait se produire une rupture prématurée au niveau de la partie fixée de l'éprouvette. Amener la partie va-et-vient de la machine à la position d'allongement maximal, et régler les mâchoires de sorte que les traits repères tracés sur les éprouvettes soient distants de la valeur voulue. La déformation maximale nominale ne doit pas être dépassée pendant le réglage. Faire un réglage final 1 min après application de la déformation. Le mesurage doit être effectué, à l'aide de pieds à coulisse ou autres moyens, à une précision telle que la déformation maximale initiale soit dans les limites de $\pm 2\%$ (absolus) de la valeur nominale.

La distance requise entre les traits repères est donnée par la formule

$$\left(\frac{e + 100}{100} \right) l_0$$

où

e est la déformation maximale initiale requise, exprimée en pourcentage;

l_0 est la longueur de référence initiale à l'état non déformé.

Par exemple, pour une déformation de 100 %, la distance requise est égale au double de la longueur de référence initiale à l'état non déformé.

Amener la partie va-et-vient de la machine à la position de séparation minimale des mâchoires et mesurer de nouveau la longueur de référence. L'éprouvette doit être revenue à l'état non déformé.

8.3.2 Éprouvettes annulaires

Régler la machine à l'allongement maximal requis, de sorte qu'une ligne passant sur le pourtour des galets ait la longueur requise dans les limites de précision spécifiée pour les haltères en 8.3.1. Déplacer alors la partie va-et-vient de la machine, de sorte que l'éprouvette puisse être montée à l'état non déformé.

La longueur correspondant à la déformation maximale requise est donnée par la formule

$$\left(\frac{e + 100}{100} \right) l_0$$

où l_0 est la circonférence intérieure initiale à l'état non déformé.

NOTE — Lorsqu'on utilise l'épaisseur préférée, soit 1,5 mm, le diamètre intérieur de l'éprouvette annulaire sera très voisin de celui de l'outil de découpe. Les positions des galets de la machine d'essai peuvent aussi être réglées dans ce cas en fonction de la déformation.

8.4 Détermination de la durée de vie de fatigue

Lorsque les éprouvettes ont été montées, mettre la machine en marche et noter le nombre de cycles à la rupture, pour chaque éprouvette.

En variante, s'il n'est pas nécessaire de mesurer la variabilité de la durée de vie de fatigue, l'essai peut être arrêté avant que toutes les éprouvettes se soient rompues, pourvu toutefois qu'il s'en soit rompu une quantité suffisante pour calculer la durée de vie de fatigue médiane (voir 9.1). Il est recommandé, si les éprouvettes ne sont pas rompues après 2×10^6 cycles, d'arrêter l'essai, sauf s'il existe une raison précise de le poursuivre.

8.5 Mesurage de la rémanence et de la déformation maximale après l'essai

La longueur d'une éprouvette à l'état non déformé augmente pendant l'essai de fatigue en raison de la rémanence. Habituel-

lement, cette dernière se produit très rapidement au début de l'essai et diminue progressivement ensuite. Si la rémanence est élevée, la durée de vie de fatigue peut être très augmentée et les résultats peuvent être erronés. Dans la cas d'éprouvettes haltères, il peut aussi se produire des changements de la longueur de référence maximale en raison de la diminution de la contrainte, et de la rémanence.

La rémanence et les variations de la longueur d'essai doivent donc être déterminées par une méthode appropriée, et les déformations d'essai indiquées dans le procès-verbal d'essai doivent être corrigées conformément à 9.3. La rémanence ne doit pas être compensée pendant l'essai de fatigue.

Le mode opératoire suivant est recommandé. Si l'on utilise une méthode différente, l'indiquer dans le procès-verbal d'essai.

Pour chaque déformation d'essai, placer deux éprouvettes dans la machine d'essai de fatigue pour 1×10^3 cycles et arrêter alors la machine dans une position telle que l'une des éprouvettes soit à l'état non contraint. Après 1 min, mesurer la longueur d'essai, à l'état non déformé, de cette éprouvette. Dans le cas des éprouvettes haltères, le mesurage doit être effectué avec l'éprouvette montée sur la machine que l'on doit actionner à la main pour que l'éprouvette soit juste à l'état non contraint. Dans le cas des éprouvettes annulaires, l'éprouvette doit être retirée de la machine et mesurée à l'aide d'un triboulet ou d'un autre moyen approprié. Pour les anneaux, la rémanence peut encore être mesurée sur la machine en utilisant un dispositif de mesure automatique force-allongement.

Mettre en route la machine pendant encore 100 cycles et répéter le mode opératoire qui vient d'être décrit pour l'autre éprouvette.

Si nécessaire, remettre les éprouvettes dans la machine et répéter tout le mode opératoire après un total de 1×10^4 cycles et après chaque multiple de dix suivant pendant la durée de vie des éprouvettes (c'est-à-dire après 1×10^5 , 1×10^6 cycles, etc.).

Pour mesurer la variation de l'allongement de référence maximal des éprouvettes haltères, utiliser le même mode opératoire que celui utilisé pour déterminer la rémanence, mais la machine étant en position de séparation maximale.

8.6 Mesurage de la contrainte maximale et de la densité d'énergie de déformation maximale

Dans plusieurs cas, il sera souhaitable d'exprimer la durée de vie de fatigue en fonction de la contrainte maximale appliquée ou de la densité d'énergie de déformation maximale (voir l'annexe). Si ces paramètres sont nécessaires, il est recommandé de mesurer le comportement de contrainte-déformation à la fois au stade initial et pendant l'essai de fatigue; comme la déformation maximale, la contrainte maximale et la densité d'énergie de déformation maximale varient au cours de l'essai en raison des effets de rémanence, de la diminution de contrainte et autres facteurs. Si l'on fait ces mesurages, on doit utiliser une éprouvette pour chacun des matériaux d'essai à chaque déformation d'essai.

Un dispositif de mesure automatique force-allongement est préférable, car il permet de suivre les variations de force maxi-

male tant pour les éprouvettes haltères que pour les éprouvettes annulaires pendant tout l'essai de fatigue et, dans le cas des éprouvettes annulaires, il permet aussi d'obtenir la densité d'énergie de déformation à la fréquence d'essai.

Les propriétés de contrainte-déformation peuvent encore s'obtenir à partir d'un essai de force-allongement quasi statique, soit manuellement, soit avec une machine. Le mode opératoire suivant est recommandé.

Déterminer l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette conformément à 8.2. Utiliser la valeur moyenne de chaque série de mesures pour calculer l'aire de la section transversale. Étirer l'éprouvette à la déformation maximale propre à l'essai en question, en mesurant le comportement force-allongement. Ce mesurage doit être effectué, soit en appliquant des poids à l'éprouvette, soit en la déformant à vitesse constante dans un dynamomètre. Si l'on utilise une méthode manuelle, on doit appliquer la charge régulièrement, de préférence en appliquant les poids à des intervalles de 1 min et en mesurant la dimension appropriée (longueur de référence pour une éprouvette haltère ou distance entre les galets pour une éprouvette annulaire) 30 s après avoir placé la charge. Mesurer la dimension à des accroissements appropriés de la déformation à l'aide de pieds à coulisse ou d'autres moyens; des accroissements correspondant à des allongements de 10 à 20 % devraient convenir dans la plupart des cas.

Après avoir déterminé la relation force-allongement initiale, placer l'éprouvette dans la machine d'essai de fatigue et faire des cycles à la déformation d'essai requise jusqu'à atteindre le nombre de cycles correspondant au multiple de dix le plus élevé au-dessous de la durée de vie de fatigue médiane (voir 9.1) du matériau d'essai. (Par exemple, si l'on trouve que le matériau d'essai a une durée de vie de fatigue médiane correspondant à 6×10^4 cycles, l'éprouvette doit être sollicitée pendant 1×10^4 cycles.) Retirer l'éprouvette de la machine, mesurer de nouveau sa longueur, sa largeur et son épaisseur après une période de relaxation appropriée, et alors déterminer de nouveau la relation force-allongement.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul de la durée de vie de fatigue

Pour chaque déformation d'essai, répertorier dans l'ordre de grandeur croissant le nombre de cycles nécessaires pour rompre chacune des éprouvettes soumises à la fatigue. Calculer la valeur médiane de la durée de vie de fatigue et, le cas échéant (voir 8.4), calculer le rapport des valeurs les plus élevées aux plus faibles comme mesure de dispersion. Si nécessaire, on peut utiliser d'autres méthodes de mesure de l'estimation de la valeur centrale et de la dispersion. Elles devront être indiquées dans le procès-verbal d'essai.

Les valeurs obtenues avec toute éprouvette haltère qui se rompt en dehors de la partie étroite centrale ne doivent pas être utilisées dans le calcul des résultats. Toutefois, les valeurs faibles ne doivent pas être éliminées, sauf s'il existe une preuve non statistique, positive qu'elles ne sont pas représentatives (par exemple présence d'une fissure anormalement grande dans la surface de cassure nettement attribuable à une mauvaise préparation de l'éprouvette ou à un corps étranger).

Dans de nombreux cas, il est souhaitable de porter les résultats sur un graphique représentant la durée de vie de fatigue en fonction de la contrainte, de la déformation ou de la densité d'énergie de déformation maximales. Il est recommandé d'utiliser une échelle logarithmique pour la durée de vie de fatigue. Pour la déformation, il est généralement préférable d'utiliser une échelle linéaire. Un graphique de la durée de vie de fatigue par rapport à la densité d'énergie de déformation maximale sur échelles logarithmiques doubles donnera souvent une relation linéaire sur un très grand intervalle; un graphique similaire de la durée de vie de fatigue en fonction de la contrainte maximale peut aussi donner une relation linéaire (bien qu'une pente différente).

NOTE SUR L'ANALYSE STATISTIQUE

La variabilité inhérente à la durée de vie de fatigue est grande. L'importance de la variabilité et la nature de la distribution dépendent des vulcanisats, en particulier du type de caoutchouc utilisé. Par exemple, avec des vulcanisats de caoutchouc naturel (NR) ou de caoutchouc isoprène (IR), la variation globale de la durée de vie pour des essais répétés est généralement du simple au double et la distribution est souvent voisine d'une distribution normale (de Laplace-Gauss); avec le caoutchouc styrène-butadiène (SBR) ou butadiène par contre, la variation peut être plus importante et la distribution a tendance à être nettement asymétrique. En raison de ces différences de comportement et de la complexité qu'elles présentent, en particulier en ce qui concerne le traitement des associations de différents caoutchoucs, il est recommandé d'utiliser des méthodes d'analyses simples et d'application générale, pour le traitement statistique des données relatives à la fatigue.

Il est recommandé de prendre la médiane comme mesure de l'estimation de la valeur centrale, car elle est plus représentative que la moyenne arithmétique pour les caoutchoucs dont la durée de vie suit une distribution asymétrique. Les autres avantages sont que la médiane est facile à calculer, les valeurs extrêmes sont automatiquement éliminées et il peut y avoir économie de temps d'essai (aux dépens d'une certaine diminution de la précision dans l'estimation de la dispersion). Pour des caoutchoucs tels que NR ou IR, six éprouvettes peuvent donner une mesure satisfaisante de la médiane, mais pour les caoutchoucs SBR et de comportement analogue, douze éprouvettes sont en principe nécessaires.

Il est important de donner une mesure de la dispersion. Une mesure simple qui s'est avérée intéressante dans les essais de fatigue est le rapport des durées de vie les plus élevées aux plus faibles; en principe, ce rapport a l'inconvénient de ne pas être convergent, mais pour les nombres d'éprouvettes normalement utilisés, il s'est révélé être en corrélation étroite avec le coefficient de variation et il est beaucoup plus facile à calculer.

9.2 Calcul de la rémanence

La rémanence, exprimée en pourcentage, apparue dans les éprouvettes pendant l'essai, peut être calculée à l'aide de la formule

$$\left(\frac{l_n - l_0}{l_0} \right) 100$$

où, pour les éprouvettes haltères,

l_0 est la longueur de référence initiale à l'état non déformé;

l_n est la longueur de référence à l'état non déformé, après que l'éprouvette aura été soumise à la fatigue pendant un nombre n de cycles;

et, pour les éprouvettes annulaires,

l_0 est la circonférence intérieure initiale à l'état non déformé;

l_n est la circonférence intérieure à l'état non déformé, après que l'éprouvette aura été soumise à la fatigue pendant un nombre n de cycles.

Exprimer la rémanence par la valeur moyenne des deux éprouvettes.

9.3 Calcul de la déformation maximale

Calculer la déformation maximale initiale conformément à 8.3.

La déformation maximale, e_n , exprimée en pourcentage, corrigée en tenant compte de la rémanence qui apparaît pendant l'essai, doit être calculée suivant l'équation

$$e_n = \left(\frac{L_n - l_n}{l_n} \right) 100$$

où, pour les éprouvettes haltères,

l_n est la longueur de référence à l'état non déformé, après que l'éprouvette aura été soumise à la fatigue pendant un nombre n de cycles;

L_n est la distance entre les traits repères pour la séparation maximale des mâchoires, après que l'éprouvette aura été soumise à la fatigue pendant un nombre n de cycles (voir 8.5);

et, pour les éprouvettes annulaires,

l_n est la circonférence intérieure à l'état non déformé, après que l'éprouvette aura été soumise à la fatigue pendant un nombre n de cycles;

L_n est la longueur initiale en extension (puisque celle-ci est fixée par la position des galets dans la machine d'essai, elle demeure constante pendant l'essai).

Si nécessaire, la déformation peut aussi être exprimée par le rapport d'allongement, λ , qui est le rapport de la longueur de référence ou de la circonférence intérieure en extension, à la longueur de référence ou de la circonférence intérieure à l'état non déformé. Ainsi, une déformation d'allongement de 75 % est équivalente à un λ de 1,75.

9.4 Calcul de la contrainte maximale

Calculer la contrainte maximale, exprimée en mégapascals, en divisant la force maximale, en newtons, par l'aire de la section transversale à l'état non contraint, en millimètres carrés (éprouvettes haltères), ou par le double de l'aire de la section transversale à l'état non contraint, en millimètres carrés (éprouvettes annulaires).

Pour calculer la contrainte maximale après une certaine période de sollicitations, il convient de déterminer l'aire de la section transversale à l'état non contraint et la déformation maximale appropriée en fonction des dimensions de l'éprouvette soumise à la fatigue.

9.5 Calcul de la densité d'énergie de déformation

Si l'on a utilisé la méthode de force-allongement quasi statique décrite en 8.6, tracer les courbes de contrainte en fonction de la déformation avec les valeurs obtenues avant et après la durée des sollicitations. À partir de ces courbes, calculer par intégration numérique, la densité d'énergie de déformation en fonction de la déformation maximale. La densité d'énergie de déformation ou énergie de déformation par unité de volume est égale à l'aire située sous la courbe de contrainte-déformation. L'exprimer en joules par mètre cube.

Si le comportement force-allongement est mesuré automatiquement pour les éprouvettes annulaires, calculer la densité d'énergie de déformation maximale à la fréquence d'essai en divisant l'aire située sous la partie allongement de la courbe contrainte-allongement par le volume de l'éprouvette. Ce dernier est obtenu en multipliant la circonférence moyenne (l ; voir 8.2.2) par l'aire de la section transversale.

10 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, temps et température de vulcanisation, le cas échéant;
- b) méthode d'essai:
 - 1) référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 6943;
- c) détails concernant l'essai:
 - 1) type d'éprouvette utilisé, c'est-à-dire haltère (type 1 ou type 2) ou anneau,
 - 2) fréquence des cycles,
 - 3) température d'essai,
 - 4) type d'atmosphère utilisé (s'il est différent de celui indiqué en 7.4),
 - 5) méthode utilisée pour calculer la rémanence apparue pendant l'essai,
 - 6) méthode utilisée pour calculer la contrainte et la densité d'énergie de déformation maximales lorsqu'elles sont demandées,
 - 7) tout mode opératoire non normalisé utilisé;
- d) résultats d'essai:
 - 1) nombre d'éprouvettes utilisées,
 - 2) pour chaque déformation d'essai, durées de vie de fatigue individuelles, durée de vie de fatigue médiane et, s'il est mesuré, rapport de la durée de vie de fatigue la plus élevée à la plus basse,
 - 3) déformation(s) initiale(s),