
**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Détermination des
caractéristiques de vieillissement par
mesurage de la contrainte de relaxation**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of ageing
characteristics by measurement of stress relaxation*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004>

© ISO 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2006

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | | |
|----------|--|----------|
| 1 | Domaine d'application | 1 |
| 2 | Références normatives | 1 |
| 3 | Appareillage | 2 |
| 4 | Éprouvettes | 2 |
| 5 | Stockage et conditionnement | 2 |
| 6 | Conditions d'essai | 3 |
| 7 | Mode opératoire | 3 |
| 8 | Expression des résultats | 4 |
| 9 | Rapport d'essai | 5 |
| | Annexe A (normative) Étalonnage | 6 |
| | Bibliographie | 8 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 6914 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*. (standards.iteh.ai)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6914:1985), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004>

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 de faible épaisseur exposées à une atmosphère contenant de l'oxygène, à température élevée pendant des périodes relativement longues. Ainsi, les caractéristiques de vieillissement du caoutchouc 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.

NOTE 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 le présent document bien qu'il soit assez répandu dans la littérature.

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.

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 ruptures de liaisons chimiques 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.

NOTE 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.

Dans les conditions de déformation intermittente, la baisse de contrainte fournit une mesure de l'effet global des ruptures de liaisons chimiques et des réactions de réticulation.

La validité des méthodes décrites dans la présente Norme internationale dépend de l'uniformité de la dégradation dans le caoutchouc. Pour cette raison, l'épaisseur des éprouvettes utilisées est de 1,0 mm afin de minimiser 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 des caoutchoucs au vieillissement dépendra des propriétés mesurées ou requises par l'application. Par conséquent, il convient de considérer la présente Norme internationale comme un complément à l'ISO 188.

En outre, il convient d'établir une distinction entre cet essai et les essais de relaxation de contrainte en compression spécifiés dans l'ISO 3384, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la relaxation de contrainte en compression à température ambiante et aux températures élevées*, 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.

Lorsqu'il s'agit d'analyser la durée de vie du matériau, cette dernière peut être déterminée en utilisant les modes opératoires décrits dans l'ISO 11346.

Le facteur le plus important à considérer lors de ces essais pour obtenir une répétabilité et une reproductibilité satisfaisantes consiste à maintenir la température et l'allongement à des valeurs constantes pendant toute la durée des mesurages.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bb4f008-87fb-4cba-8936-9a25e9dd9248/iso-6914-2004>

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de vieillissement par mesurage de la contrainte de relaxation

1 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.
- 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.

Le programme d'étalonnage nécessaire pour ce type de mesurage est donné dans l'Annexe A.

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 thermique. Des mesurages effectués à un certain nombre de températures peuvent servir en recherche et développement pour estimer les caractéristiques de vieillissement à long terme conformément aux modes opératoires décrits dans l'ISO 11346.

Il convient de ne rechercher aucune concordance entre les trois méthodes. La méthode à utiliser dépend de l'objectif de l'essai.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 188:1998, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur*

ISO 471:1995, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées pour le conditionnement et l'essai*

ISO 5893:2002, *Appareils d'essai du caoutchouc et des plastiques — Types pour traction, flexion et compression (vitesse de translation constante) — Spécifications*

ISO 18899, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

3 Appareillage

3.1 Relaxomètre (pour les méthodes A et B), comportant deux mâchoires qui maintiennent sans glissement l'éprouvette à une longueur d'étirement déterminée (à $\pm 1\%$) et un moyen de mesure et d'enregistrement de la force appliquée à l'éprouvette.

Les mâchoires doivent être disposées de sorte 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 précis et stable à $\pm 1\%$ de la force lue pendant toute la durée de l'essai.

Pour la méthode B, le relaxomètre doit, en outre, être équipé 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 $\pm 1\%$ de l'allongement appliqué.

3.2 Machine de traction (pour la méthode C), à vitesse de déplacement constante, fonctionnant à 50 mm/min et conforme aux spécifications de l'ISO 5893, force de classe 1 (mesurant la force à $\pm 1\%$ de la valeur mesurée).

La machine doit être capable de cycles entre des limites de déformation déterminées, précis à $\pm 1\%$ de la déformation maximale. Les mâchoires de la machine de traction doivent maintenir l'éprouvette sans glissement.

3.3 Étuve, conforme aux spécifications de l'ISO 188:1998, méthode A (vitesse de l'air faible) ou méthode B (vitesse de l'air élevée) et destinée au vieillissement de l'éprouvette.

4 Éprouvettes

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

On peut employer des échantillons d'épaisseur uniforme de moins de 1,0 mm ou de plus 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.

4.2 Nombre

Le nombre recommandé d'éprouvettes est de trois pour chaque température d'essai mais pour les essais de routine ou de contrôle, il est admis d'utiliser une ou deux éprouvettes.

5 Stockage et conditionnement

L'intervalle de temps entre vulcanisation et essai doit être conforme à l'ISO 471.

Dans l'intervalle entre vulcanisation et essai, le matériau et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière le plus complètement 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, tels que les antioxydants, de migrer d'un vulcanisat dans les vulcanisats voisins.

Les éprouvettes doivent être conditionnées immédiatement avant l'essai durant au moins 3 h à la température normalisée de laboratoire tel que spécifiée dans l'ISO 471.

6 Conditions d'essai

6.1 Durée de l'essai

Il convient de choisir la durée de l'essai de préférence dans la série suivante:

1 h, 2 h, 4 h, 8 h, 24 h, 72 h et 168 h et des multiples de 7 jours.

Pour les méthodes A et B, on doit considérer que la période d'essai débute au moment où la force initiale est mesurée. Pour la méthode C, la période d'essai doit être considérée comme étant le temps de séjour dans l'étuve, le temps de refroidissement et de mesurage de la force étant exclu.

L'essai peut également être arrêté lorsque le rapport des contraintes, exprimée par le rapport de la force, F_t , au temps t , à la force initiale, F_0 (voir l'Article 8), atteint une valeur prédéterminée (par exemple 0,5).

6.2 Température d'exposition

Le matériau en essai doit être examiné de préférence à une série de températures à intervalles d'au moins 10 °C. Si les éprouvettes sont exposées à une seule température, celle-ci doit être choisie parmi la série de températures suivante, prises dans la liste de l'ISO 471:1995:

température normalisée de laboratoire (23 °C ou 27 °C) ou 40 °C, 55 °C, 70 °C, 85 °C, 100 °C, 125 °C, 150 °C, 175 °C, 200 °C, 225 °C, 250 °C, 275 °C ou 300 °C.

La température doit être maintenue aussi constante que possible pendant l'essai, avec une tolérance de ± 1 °C à toutes les températures élevées et de ± 2 °C pour la température normale de laboratoire.

Il est très important de maintenir la température stable et précise pendant l'essai pour deux raisons:

- en premier lieu, une variation de température de l'ordre par exemple de 1 °C peut correspondre à environ 10 % du temps d'essai;
- en second lieu, la dilatation thermique du caoutchouc est de 10 à 20 fois supérieure à celle de l'acier, et une variation de température entraînera une variation de la force lue.

À mesure que la température augmente, il peut être nécessaire de réduire le temps d'exposition. En outre, il convient de noter que plus la disparité entre conditions de vieillissement et conditions de service est grande, moins la corrélation entre vieillissement et service est fiable.

7 Mode opératoire

7.1 Méthode A

La méthode A est réalisée de la manière suivante.

- a) Monter l'éprouvette à l'état non déformé dans les mâchoires préchauffées.
- b) Mettre en place les mâchoires et l'éprouvette dans l'étuve préchauffée à la température d'essai.
- c) Après $(5 \pm 0,5)$ min, étirer l'éprouvette, en moins de 1 min, à un allongement compris entre 45 % et 55 % et la maintenir à 1 % de cette valeur près. [Un allongement plus petit, de (20 ± 2) %, peut également être employé au lieu de (50 ± 5) %]. La force initiale, F_0 , est celle mesurée $(5 \pm 0,5)$ min après l'étirement de l'éprouvette.
- d) Pendant la durée de l'essai, enregistrer la force, F_t , qui s'exerce sur l'éprouvette en fonction du temps.
- e) 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 d'environ $\times 7$. S'il existe des craquelures, le mentionner dans le rapport d'essai.