
**Caoutchouc vulcanisé ou
thermoplastique — Résistance au
craquelage par l'ozone —**

Partie 1:
**Essais sous allongement statique et
dynamique**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Rubber, vulcanized or thermoplastic — Resistance to ozone cracking —

Part 1: Static and dynamic strain testing

ISO 1431-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/938f8007-8c60-4077-b713-3b7bf35ad859/iso-1431-1-2004>



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 1431-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/938f8007-8c60-4077-b713-3b7bf35ad859/iso-1431-1-2004>

© 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

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Appareillage (voir Figure 1)	2
6 Éprouvettes	6
7 Conditionnement	7
8 Conditions d'essai	8
9 Essai de déformation statique	9
10 Essai de déformation dynamique	9
11 Expression des résultats	11
12 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Craquelage par l'ozone — Notes explicatives	14
Bibliographie	16

ISO 1431-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/938f8007-8c60-4077-b713-3b7bf35ad859/iso-1431-1-2004>

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 1431-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1431-1:1989) et, de plus, la deuxième édition de l'ISO 1431-2 (ISO 1431-2:1994), lesquelles ont été fusionnées et révisées techniquement.

L'ISO 1431 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Résistance au craquelage par l'ozone*:

- *Partie 1: Essais sous allongement statique et dynamique*
- *Partie 3: Méthode de référence et autres méthodes pour la détermination de la concentration d'ozone dans les enceintes d'essai de laboratoire*

Cette version corrigée de l'ISO 1431-1:2004 incorpore des mises à jour aux emplacements suivants:

Article 1, 1^{er} paragraphe; 3.1, définition; 5.2, 2^e paragraphe; 5.3, 1^{re} phrase; 6.1, 3^e paragraphe; 6.2, 2^e paragraphe; 7.2, titre; 8.1; 9.1; 10.1; 10.2.2; 10.3.1, 1^{er} paragraphe; 10.3.3; 11.3, 2^e paragraphe; A.2, 3^e paragraphe.

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Résistance au craquelage par l'ozone —

Partie 1: Essais sous allongement statique et dynamique

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente partie de l'ISO 1431 soient familiers avec les pratiques de laboratoire. La présente partie de l'ISO 1431 n'a pas pour but de traiter de la totalité des problèmes de sécurité possibles liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de leur conformité avec toutes les réglementations nationales.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 1431 prescrit des méthodes destinées à être utilisées pour la détermination de la résistance au craquelage des caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques, lorsqu'ils sont exposés, sous une déformation en traction statique ou dynamique, à de l'air contenant une concentration déterminée d'ozone à une température déterminée, dans des conditions qui excluent les effets de la lumière directe.

Une grande prudence est nécessaire lorsqu'on essaie de relier les résultats d'un essai normalisé aux performances en service, car la résistance relative à l'ozone de différents caoutchoucs peut varier de façon notable selon les conditions, en particulier selon la concentration d'ozone et la température. En outre, les essais sont effectués sur des éprouvettes minces déformées en traction, et l'importance de l'attaque pour des articles en service peut être tout à fait différente en raison de l'influence des dimensions, du type de déformation et de l'importance de celle-ci. Des notes explicatives sur la nature du craquelage par l'ozone sont données dans l'Annexe A.

La méthode de référence ainsi qu'une autre méthode pour l'évaluation de la concentration d'ozone sont décrites dans l'ISO 1431-3.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application de ce texte. 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 37, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 1431-3, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Résistance au craquelage par l'ozone — Partie 3: Méthode de référence et autres méthodes pour la détermination de la concentration d'ozone dans les enceintes d'essai de laboratoire*

ISO 23529, *Caoutchouc — Procédures générales pour la préparation et le conditionnement des éprouvettes pour les méthodes d'essais physiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 seuil de déformation
déformation en tension la plus élevée à laquelle un vulcanisat peut être exposé à une température donnée à de l'air contenant une concentration donnée d'ozone sans que s'y développent des craquelures après une durée d'exposition donnée

NOTE Il importe de ne pas confondre seuil de déformation et seuil de déformation critique, défini en 3.2.

3.2 seuil de déformation critique
déformation en tension au-dessous de laquelle le temps nécessaire pour que se développent des craquelures à l'ozone augmente très fortement et peut devenir pratiquement infini

3.3 déformation dynamique
déformation de nature sinusoïdale (habituellement déformation en traction) qui varie avec le temps à un taux de répétition ou à une fréquence définis

NOTE La déformation maximale et le taux de répétition sont utilisés pour décrire les conditions de déformation dynamique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

4 Principe

Des éprouvettes sont exposées, sous déformation statique, sous déformation dynamique continue, ou pendant des périodes différentes de déformation dynamique ou statique, dans une chambre fermée à une température constante, à une atmosphère contenant une concentration déterminée d'ozone. Les éprouvettes sont examinées périodiquement pour déceler d'éventuelles craquelures.

Trois méthodes d'évaluation différentes, pour des valeurs choisies de concentration d'ozone et de température d'exposition, sont décrites:

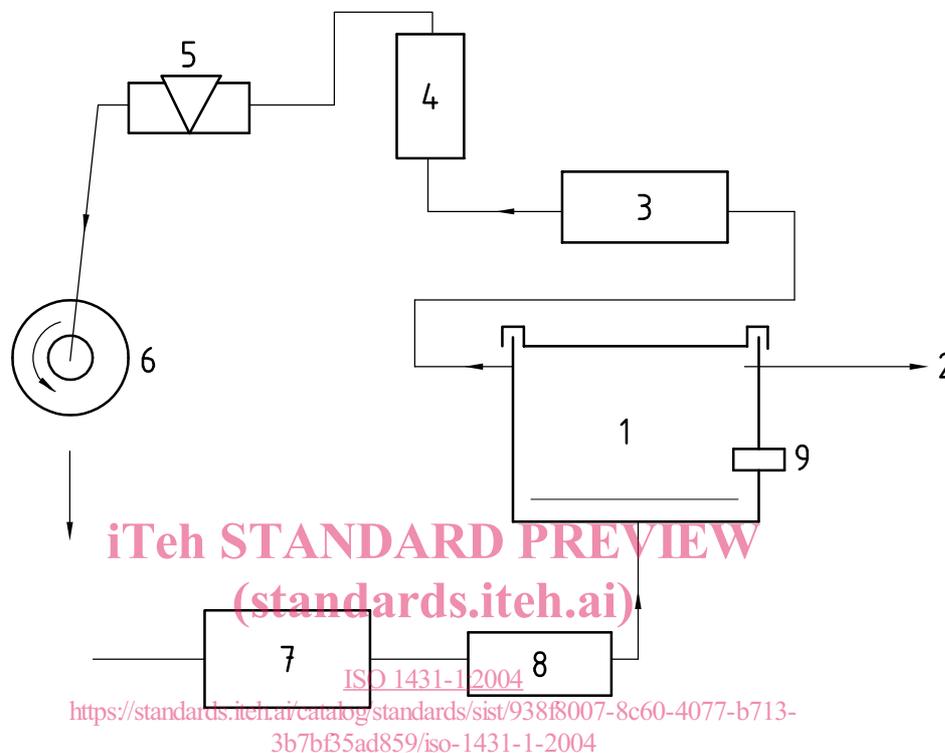
- a) détermination de la présence ou de l'absence de craquelures et, si nécessaire, évaluation du degré de craquelage, après exposition durant un temps déterminé à une déformation statique, déformation dynamique, ou combinaison de déformation statique ou dynamique données;
- b) détermination du temps nécessaire pour qu'apparaissent les premières craquelures pour toutes déformation statique, déformation dynamique, ou combinaison de déformation statique ou dynamique données;
- c) détermination du seuil de déformation pour n'importe quelle durée d'exposition donnée (applicable seulement aux essais de déformation statique).

5 Appareillage (voir Figure 1)

AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur la nature très toxique de l'ozone. Il convient de faire des efforts pour minimiser l'exposition des travailleurs à tout moment. En l'absence de règlements de sécurité nationaux plus rigoureux ou contraires, en application dans le pays utilisateur, il est recommandé de fixer la concentration maximale à 0,1 partie d'ozone par million de parties d'air de l'atmosphère environnante en volume, avec une concentration maximale moyenne nettement plus faible. À moins d'avoir un système totalement clos, l'emploi d'un ventilateur-extracteur pour chasser l'air chargé d'ozone est recommandé.

5.1 Chambre d'essai

Elle doit être fermée, non éclairée, thermostatée à ± 2 °C de la température d'essai, revêtue intérieurement ou faite d'un matériau (par exemple l'aluminium) qui ne décompose pas facilement l'ozone. Les dimensions doivent être telles que les exigences de 5.5 soient satisfaites. La chambre peut comporter une fenêtre par laquelle on peut observer la surface des éprouvettes. Une lampe pour examiner les éprouvettes peut être installée, mais elle ne doit être allumée que le temps de l'observation.



Légende

1 chambre d'essai	6 ventilateur
2 dispositif de mesure de concentration d'ozone	7 ozoniseur
3 colonne de purification	8 échangeur de chaleur
4 débitmètre	9 indicateur de température
5 régulateur	

Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai

5.2 Source d'air ozonisé

L'air ozonisé doit être en grande partie sans oxydes d'azote pour éviter des erreurs de concentration d'ozone. En conséquence, un des appareils suivants doit être utilisé :

- a) lampe à ultraviolets;
- b) tube à effluves.

Avec le tube à effluves, il est nécessaire d'utiliser de l'oxygène, et non pas de l'air, pour éviter la formation d'oxyde d'azote. On peut diluer l'air ou l'oxygène ozonisé avec de l'air pour obtenir la concentration d'ozone désirée. L'air utilisé pour former l'ozone ou pour réaliser la dilution doit être purifié au préalable, par passage sur des charbon actif, et doit être exempt de toutes impuretés susceptibles d'avoir une influence sur la concentration d'ozone, le craquelage ou le dosage de l'ozone des éprouvettes d'essai.

La température de la source doit être maintenue constante à ± 2 °C.

L'air ozonisé doit être envoyé de la source dans la chambre d'essai en traversant un échangeur de température destiné à le porter à la température exigée pour l'essai, et doit être amené à l'humidité relative prescrite (voir 8.3).

5.3 Moyens de réglage de la concentration d'ozone

Lorsqu'une lampe à ultraviolets est utilisée, la concentration d'ozone peut être contrôlée soit en ajustant ou la tension appliquée au tube, ou le débit du gaz entrant ou celui du gaz de dilution, soit en plaçant un écran sur une partie du tube exposé à la lampe à ultraviolets. Lorsque l'on utilise un tube à effluve, la quantité d'ozone produite peut être réglée en ajustant la tension appliquée au générateur, les dimensions des électrodes, le débit d'oxygène, ou le débit de l'air de dilution. On peut aussi faire une dilution en deux temps de l'air ozonisé. Les ajustements doivent être faits de manière à maintenir la concentration dans les limites des tolérances données en 8.1. En outre, toutes les fois qu'on ouvre la chambre d'essai pour y placer les éprouvettes et pour les examiner, la concentration d'ozone doit revenir à la concentration utilisée pour l'essai en moins de 30 min. À aucun moment la concentration d'ozone entrant dans la chambre ne doit être supérieure à la concentration prescrite pour l'essai.

NOTE Ces réglages peuvent être ou non automatiques.

5.4 Moyens de détermination de la concentration d'ozone

Un moyen permettant de prélever un échantillon d'air ozonisé au voisinage des éprouvettes se trouvant dans la chambre et un moyen pour mesurer la teneur en ozone de celui-ci doivent être prévus.

Les autres méthodes de référence pour déterminer la concentration d'ozone font l'objet de l'ISO 1431-3.

5.5 Moyen de réglage du débit de gaz

Un moyen doit être prévu pour permettre d'ajuster la vitesse moyenne d'écoulement de l'air ozonisé dans la chambre d'essai à une valeur au moins égale à 8 mm/s, et de préférence comprise entre 12 mm/s et 16 mm/s, calculée à partir du débit de gaz, mesuré dans la chambre, divisé par la section droite réelle de la chambre normale au courant gazeux. Dans les essais destinés à être comparés, la vitesse ne doit pas varier de plus de $\pm 10\%$. Le débit de gaz est le volume d'air ozonisé écoulé par unité de temps, et il doit être suffisamment élevé pour empêcher une diminution importante de la concentration d'ozone dans la chambre du fait de la destruction de l'ozone par les éprouvettes. La vitesse de cette destruction varie en fonction du caoutchouc utilisé, des conditions d'essai et d'autres détails opératoires. De façon générale, il est recommandé que le rapport de la surface exposée des éprouvettes au débit de gaz ne soit pas supérieur à 12 s/m (voir Note 1), mais il est possible que cette valeur soit encore trop élevée. Dans les cas douteux, il convient de vérifier expérimentalement les effets de la destruction et, si nécessaire, de diminuer la surface des éprouvettes. Il y a lieu d'utiliser un écran de diffusion ou un dispositif équivalent pour favoriser le mélange du gaz entrant avec celui qui se trouve dans la chambre.

Pour régler la concentration d'ozone dans la chambre et exclure l'effet des composants volatils se dégageant des éprouvettes, un appareil de circulation d'air approvisionnant de l'air frais peut être utilisé.

Si des vitesses élevées sont désirées, un ventilateur peut être installé dans la chambre pour porter la vitesse d'écoulement de l'air ozonisé à $600 \text{ mm/s} \pm 100 \text{ mm/s}$. Dans ce cas, cela doit être noté dans le rapport d'essai.

NOTE 1 Le rapport, exprimé en secondes par mètre (s/m), est dérivé de la surface en m^2 et du débit de gaz en m^3/s .

NOTE 2 Des résultats différents peuvent résulter de l'emploi de différentes vitesses d'écoulement de l'air ozonisé.

5.6 Montage des éprouvettes pour essai de déformation statique

Des mâchoires doivent être prévues pour maintenir les éprouvettes à l'allongement voulu, les deux faces étant en contact avec l'air ozonisé de sorte que la longueur de l'éprouvette soit pratiquement parallèle au courant gazeux. Les mâchoires doivent être en un matériau qui ne décompose pas facilement l'ozone (par exemple l'aluminium).

Il est recommandé, pour égaliser l'effet des différentes concentrations d'ozone dans les différentes parties de la chambre, d'utiliser un support à rotation mécanique monté dans la chambre d'essai et sur lequel sont fixés les pinces ou les cadres destiné(e)s à maintenir les éprouvettes. Avec ce support, les éprouvettes doivent se déplacer à une vitesse de 20 mm/s à 25 mm/s dans un plan normal au courant gazeux et elles doivent suivre successivement le même trajet, de telle sorte qu'une même position à l'intérieur de la chambre ne soit occupée par la même éprouvette que toutes les 8 min à 12 min, et que la zone balayée par l'éprouvette (zone hachurée sur la Figure 2) soit au moins égale à 40 % de la surface transversale disponible de la chambre.

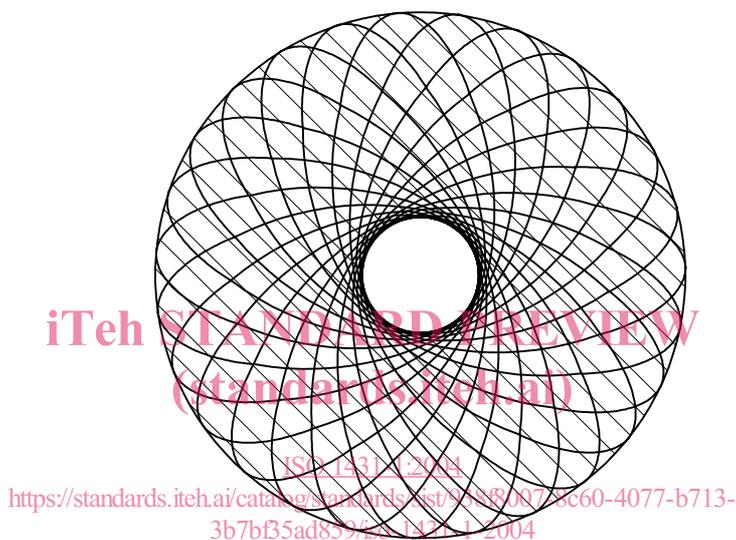


Figure 2 — Trajet de l'éprouvette et zone balayée (hachurée)

5.7 Montage des éprouvettes pour essai de déformation dynamique

L'appareil doit être fait avec un matériau (par exemple l'aluminium) qui ne décompose pas facilement l'ozone.

Ses éléments principaux sont des parties fixes, munies de mâchoires destinées à maintenir l'une des extrémités de chaque éprouvette en position fixe, et des parties similaires mobiles, destinées à maintenir l'autre extrémité de l'éprouvette. Le mouvement de va-et-vient doit être tel que, au début, la distance minimale entre les mâchoires corresponde à une déformation nulle et la distance maximale à la déformation maximale prescrite.

Les parties mobiles doivent être disposées de manière que leur déplacement se fasse en ligne droite et dans la direction de l'axe commun de chaque paire de mâchoires opposées. Les plans respectifs des mâchoires supérieures et inférieures doivent rester parallèles entre eux pendant le mouvement.

L'excentrique qui actionne les parties mobiles doit être entraîné par un moteur à vitesse constante donnant une fréquence de $0,5 \text{ Hz} \pm 0,025 \text{ Hz}$. Si nécessaire, on peut prévoir une minuterie qui arrête l'appareil après une période d'essai dynamique et le remet en marche après la période de repos.

Les mâchoires doivent maintenir les éprouvettes fermement, sans glissement ni déchirement, et s'ajuster aux éprouvettes pour qu'elles soient maintenues avec précision. Chaque éprouvette doit être maintenue de manière que ses deux faces soient en contact avec l'air ozonisé et que sa longueur soit pratiquement parallèle à l'écoulement du gaz.

6 Éprouvettes

6.1 Généralités

Les éprouvettes normales doivent être comme prescrit en 6.2 ou 6.3.

Les éprouvettes doivent être découpées dans une feuille moulée ou, si nécessaire, dans un produit fini, conformément à l'ISO 23529. Elles doivent avoir une surface d'essai absolument intacte; la résistance à l'ozone ne doit pas être déterminée sur des surfaces qui ont été coupées ou meulées. La comparaison de divers matériaux n'est valable que si le craquelage est apprécié sur des surfaces de fini similaire, obtenu par la même méthode.

Pour chaque jeu de conditions d'essai, au moins trois éprouvettes doivent être soumises à essai.

NOTE 1 Il est recommandé de mouler les plaques d'essai sous une feuille d'aluminium polie avec soin, qui est maintenue au contact du caoutchouc jusqu'à préparation des éprouvettes. On obtient ainsi une protection lors des manipulations et l'on est sûr d'avoir une surface d'essai nette au moment de l'essai.

NOTE 2 Une autre façon d'exposer les éprouvettes à plusieurs déformations différentes consiste à utiliser une éprouvette en forme d'anneau que l'on allonge pour obtenir une gamme continue d'extensions. Cette méthode s'est révélée donner des résultats à peu près équivalents à ceux des éprouvettes normales lorsqu'elles sont utilisées pour déterminer le seuil de déformation.

NOTE 3 Comme variante de l'exposition des éprouvettes à plusieurs contraintes différentes, on peut utiliser une éprouvette rectangulaire en forme de boucle courbée pour fournir une gradation des allongements au sein d'une éprouvette.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.2 Éprouvette large

L'éprouvette doit consister en une bande d'au moins 10 mm de largeur, de $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ d'épaisseur, et d'au moins 40 mm de longueur entre les mâchoires avant étirement.

Les extrémités de l'éprouvette maintenues dans les mâchoires peuvent être protégées par une laque résistante à l'ozone. On doit prendre soin de choisir une laque dont le solvant ne produit pas de gonflement sensible du caoutchouc. La graisse de silicone ne doit pas être utilisée. L'éprouvette peut aussi avoir des extrémités modifiées, par exemple comporter des épaulements permettant de l'étirer sans provoquer de concentration de contrainte excessive ni de rupture au niveau des mâchoires pendant l'exposition de l'ozone.

6.3 Éprouvette étroite

L'éprouvette doit consister en une bande de $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ de largeur, de $2,0 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ d'épaisseur et 50 mm de longueur, prolongée par des extrémités à tête carrée de 6,5 mm de côté (voir Figure 3). Cette éprouvette ne doit pas être utilisée pour le mode opératoire A.

NOTE On peut également utiliser des éprouvettes haltères conformes à l'ISO 37.

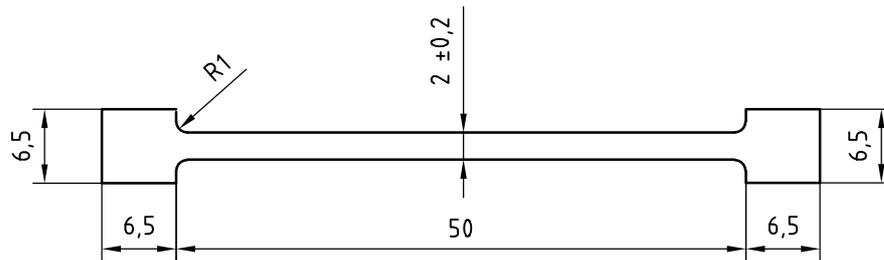


Figure 3 — Éprouvette étroite

7 Conditionnement

7.1 Conditionnement à l'état non étiré

Pour tous les essais, le délai minimal entre la vulcanisation et l'étirement des éprouvettes doit être de 16 h.

Pour les essais ne concernant pas des produits finis, le délai maximal entre la vulcanisation et la mise sous tension des éprouvettes doit être de 4 semaines.

Pour les essais concernant des produits finis, chaque fois que cela est possible, le délai entre la vulcanisation et la mise sous tension des éprouvettes ne doit pas être supérieur à 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 éprouvettes et les plaques d'essai ne doivent pas entrer en contact avec des caoutchoucs de composition différente, entre le moment de la vulcanisation et la mise en place dans la chambre d'essai. Ceci est nécessaire pour empêcher les additifs, qui peuvent avoir une influence sur le développement de craquelures à l'ozone, par exemple les anti-ozones, de migrer par diffusion d'un caoutchouc dans les caoutchoucs voisins.

Il est recommandé de placer une feuille d'aluminium entre les éprouvettes et les plaques de compositions différentes, mais toute autre méthode empêchant la migration des additifs peut être utilisée.

Les échantillons et les éprouvettes doivent être conservés dans l'obscurité, dans une atmosphère exempte d'ozone, durant le temps séparant la vulcanisation de l'essai; la température normale de stockage doit être une température normale de laboratoire (voir ISO 23529), mais d'autres températures, contrôlées, peuvent être utilisées si elles sont appropriées à des applications particulières. Ces conditions de stockage doivent également être utilisées, autant que possible, pour les produits finis. Pour les déterminations destinées à être comparées, la durée et les conditions de stockage doivent être identiques.

Pour les caoutchoucs thermoplastiques, la période de stockage doit commencer immédiatement après la mise en forme.

7.2 Conditionnement à l'état étiré (pour essais de déformation statique seulement)

Après étirement, les éprouvettes doivent être conditionnées dans l'obscurité dans une atmosphère exempte d'ozone, durant 48 h à 96 h; pour ce conditionnement, la température doit être une température de laboratoire normale (voir l'ISO 23529), mais d'autres températures, contrôlées, peuvent être utilisées si elles sont appropriées à des applications particulières. Les éprouvettes ne doivent être ni touchées ni dérangées de quelque manière que ce soit pendant la durée du conditionnement. Pour les essais destinés à être comparés, la durée et les conditions de stockage doivent être identiques.