

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**1431-1**

Troisième édition  
1989-06-15

---

---

## Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Résistance au craquelage par l’ozone

### Partie 1: Essai sous allongement statique

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Resistance to ozone cracking —*

*Part 1: Static strain test*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b600d9cc-eb06-49be-8a6f-6790d6e2fad/iso-1431-1-1989>



Numéro de référence  
ISO 1431-1 : 1989 (F)

## 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 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 1431-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.  
[standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b600d9cc-cb06-49be-8a6f-6790d6e2fad/iso-1431-1-1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b600d9cc-cb06-49be-8a6f-6790d6e2fad/iso-1431-1-1989)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1431-1 : 1980), dont elle constitue une révision technique.

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

- *Partie 1: Essai sous allongement statique*
- *Partie 2: Essai de déformation dynamique*
- *Partie 3: Méthode de référence pour la détermination de la concentration d'ozone dans des chambres d'essais de laboratoire*

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 1431 est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

## Partie 1: Essai sous allongement statique

### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la résistance des caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques au craquelage lorsqu'ils sont exposés, sous un allongement statique à l'air contenant une concentration déterminée d'ozone et à une température déterminée, dans des circonstances où sont exclus les effets de la lumière directe.

Il est nécessaire d'être prudent 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 sous allongement, et l'importance de l'attaque pour des articles en service peut être tout à fait différente en raison 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.

Les méthodes pour la détermination de la résistance au craquelage par l'ozone dans des conditions de déformation dynamiques et statiques-dynamiques sont prescrites dans l'ISO 1431-2. Une méthode de référence pour l'estimation de la concentration de l'ozone fera l'objet de l'ISO 1431-3.

### 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 1431. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 1431 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 471: 1983, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1431-2: 1982, *Caoutchouc vulcanisé — Résistance au craquelage par l'ozone — Partie 2: Essai de déformation dynamique.*

ISO 4661-1: 1986, *Caoutchouc vulcanisé — Préparation des échantillons et éprouvettes — Partie 1: Essais physiques.*

### 3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 1431, les définitions suivantes s'appliquent.

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

Il faut faire la distinction entre le seuil de déformation et le 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.

### 4 Principe

Des éprouvettes sont exposées, sous déformation statique, dans une chambre fermée à une température constante, et à une atmosphère contenant une concentration déterminée d'ozone. Des éprouvettes sont examinées périodiquement pour détecter d'éventuelles craquelures.

Trois méthodes d'évaluation différentes, pour des valeurs choisies de la concentration d'ozone et de la 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 donnée.

B Détermination du temps nécessaire pour qu'apparaissent les premières craquelures pour n'importe quelle déformation donnée.

C Détermination du seuil de déformation pour n'importe quelle durée d'exposition donnée.

## 5 Appareillage (voir figure 1)

**AVERTISSEMENT** — L'attention est attirée sur la nature hautement toxique de l'ozone. Des efforts doivent être faits pour minimiser l'exposition des travailleurs à tout moment. En l'absence de règlements de sécurité nationaux plus rigoureux ou contraires dans les pays membres, il est recommandé de considérer 10 parties d'ozone pour cent millions de parties d'air de l'atmosphère environnante en volume comme une concentration maximale et la concentration moyenne maximale doit être nettement plus faible.

NOTE — Un ventilateur-extracteur pour l'air chargé d'ozone est recommandé.

### 5.1 Chambre d'essai

La chambre d'essai doit être fermée, non éclairée, thermorégulée à  $\pm 2$  °C de la température d'essai, à l'aide d'un thermostat, 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 prescriptions 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.

### 5.2 Source d'air ozonisé

L'un ou l'autre des dispositifs suivants peut être utilisé :

- une lampe à ultraviolets;
- un tube à effluves.

Dans le dernier cas, il est nécessaire d'utiliser de l'oxygène pour éviter la formation d'oxydes 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 les dilutions doit être purifié au préalable, en passant sur du 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.

La température de la source doit être maintenue constante à  $\pm 2$  °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

Ces moyens peuvent être, mais pas obligatoirement, automatiques.

Lorsque la source utilisée est la lumière ultraviolette, la quantité d'ozone produite peut être réglée soit en ajustant la tension appliquée au tube ou le débit de gaz, soit en plaçant un écran sur une partie du tube exposé à l'écoulement du gaz. Lorsque l'on utilise un tube à effluves, 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 de tolérance données en 8.1. En outre, toutes les fois qu'on ouvre la chambre d'essai pour y placer les éprouvettes ou pour les examiner, la concentration d'ozone doit revenir à la concentration utilisée pour l'essai dans un délai 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.

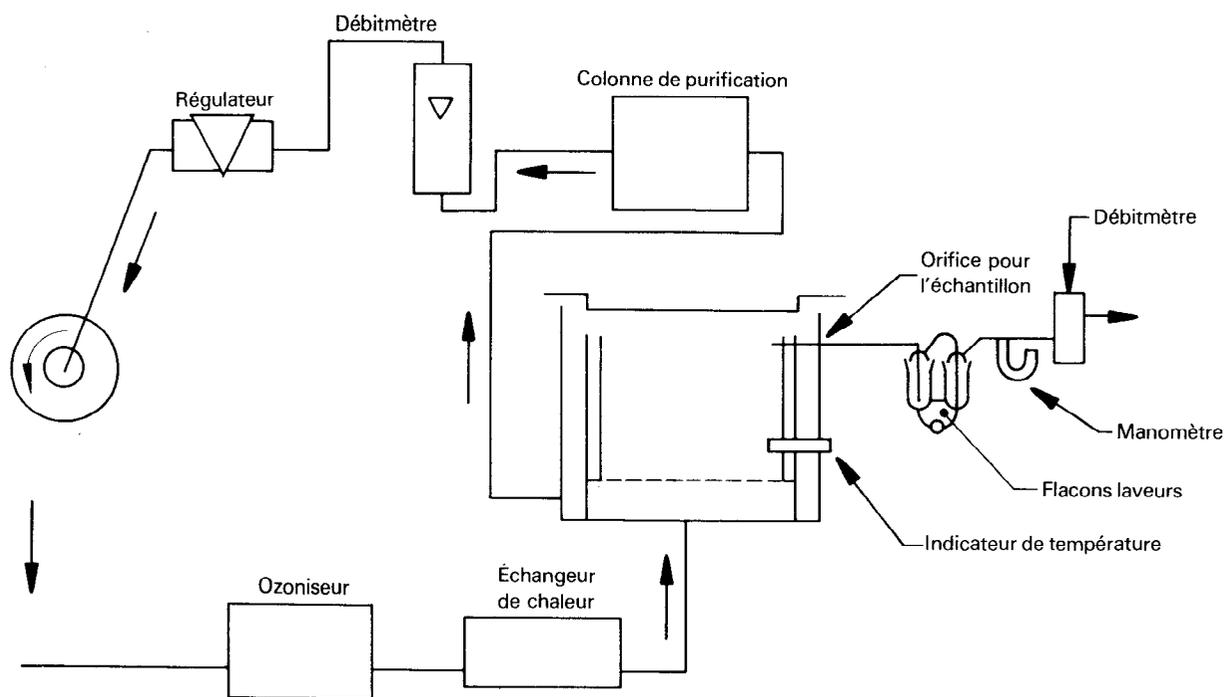


Figure 1 — Schéma de l'appareillage

#### 5.4 Moyens de détermination de la concentration d'ozone

Un moyen 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 méthodes utilisées pour déterminer la concentration d'ozone feront l'objet de l'ISO 1431-3.

#### 5.5 Moyens de réglage du débit gazeux

Un mécanisme doit être prévu pour permettre d'ajuster la vitesse moyenne d'écoulement de l'air ozonisé dans la chambre d'essai à une valeur non inférieure 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 à laquelle ce dernier est détruit varie en fonction du caoutchouc utilisé, des conditions d'essai et d'autres caractéristiques de l'essai. De façon générale, il est recommandé que le rapport de la superficie exposée des éprouvettes au débit de gaz ne soit pas supérieur à 12 s/m, mais il est possible que cette valeur ne soit pas toujours suffisamment basse. Dans les cas douteux, les effets de la destruction doivent être vérifiés expérimentalement et, si nécessaire, on diminuera la superficie des éprouvettes. On utilisera un écran de diffusion ou un dispositif équivalent pour favoriser le mélange du gaz entrant avec celui qui se trouve dans la chambre. Si des grandes vitesses sont souhaitées, un ventilateur peut être utilisé dans la chambre pour augmenter la vitesse d'écoulement de l'air ozonisé à 600 mm/s  $\pm$  100 mm/s.

NOTE — Le rapport, exprimé en secondes par mètre, est dérivé de la superficie exprimée en mètres carrés et du débit-volume de gaz exprimé en mètres cubes par seconde.

#### 5.6 Supports d'éprouvette

Des mâchoires doivent être prévues pour maintenir les éprouvettes à l'allongement voulu, les deux faces étant en contact avec l'air ozonisé de telle 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 la chambre, d'utiliser un support à rotation mécanique monté dans la chambre d'essai et sur lequel sont fixés les pièces ou cadres destinés 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.

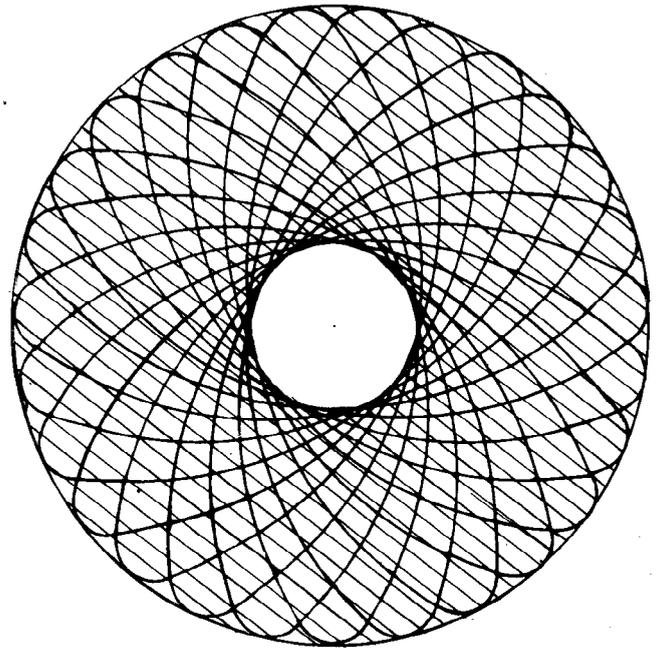


Figure 2 — Trajet de l'éprouvette et zone balayée (hachurée)

## 6 Éprouvette

### 6.1 Généralités

Les éprouvettes normales doivent être des bandes ou des haltères comme prescrit en 6.2 et 6.3.

Les éprouvettes doivent être découpées dans une feuille récemment moulée ou, si nécessaire, dans un produit fini, conformément à l'ISO 4661-1. 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 déterminé sur des surfaces de fini similaire obtenu par la même méthode.

Au moins trois éprouvettes doivent être utilisées pour chaque condition d'essai.

### 6.2 Éprouvette en forme de bande

L'éprouvette doit être une bande d'au moins 10 mm de largeur, 2,0 mm  $\pm$  0,2 mm d'épaisseur et au moins 40 mm de longueur entre 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 un gonflement sensible du caoutchouc. On ne doit pas utiliser de graisse de silicone. L'éprouvette peut aussi avoir des extrémités modifiées, par exemple comporter des épaulements permettant de l'étirer sans provoquer de concentrations de contrainte ni de rupture au niveau des mâchoires pendant l'exposition à l'ozone.

### 6.3 Éprouvette haltère

L'éprouvette doit être une bande de 5 mm de largeur et 50 mm de longueur, entre des extrémités à tête carrée de 12 mm de côté (voir figure 3). Cette éprouvette ne doit pas être utilisée pour le mode opératoire A.

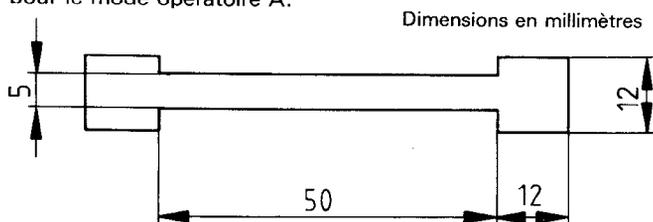


Figure 3 — Éprouvette haltère

#### NOTES

1 Il est recommandé de mouler les plaques à essayer sous une feuille d'aluminium polie, 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.

2 Il est parfois impossible de découper les éprouvettes normalisées. Dans ces cas, on peut utiliser les éprouvettes en forme d'haltère T 50, ayant une longueur de 50 mm et une largeur de 2 mm. Utilisées pour déceler le début du craquelage, ces éprouvettes se sont révélées donner des résultats à peu près équivalents à ceux donnés par les éprouvettes normales aux mêmes pourcentages d'allongement.

3 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'elle est utilisée pour déterminer le seuil de déformation.

4 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.

## 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 antiozones, 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 à 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 (voir ISO 471), 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

Après étirement, les éprouvettes doivent être conditionnées à l'obscurité dans une atmosphère exempte d'ozone, durant 48 à 96 h; pour ce conditionnement, la température doit être une température normale (voir ISO 471), 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.

## 8 Conditions d'essai

### 8.1 Concentration de l'ozone

L'essai doit être réalisé à une des concentrations d'ozone suivantes, exprimées en parties d'ozone pour cent millions de parties d'air en volume (ppcm):

25 ppcm	±	5 ppcm
50 ppcm	±	5 ppcm
100 ppcm	±	10 ppcm
200 ppcm	±	20 ppcm

Sauf prescription contraire, l'essai doit être effectué à une concentration d'ozone de 50 ppcm ± 5 ppcm. S'il est nécessaire d'avoir une concentration plus faible pour essayer des caoutchoucs utilisés dans une atmosphère peu concentrée en ozone, il est recommandé d'employer une concentration d'ozone de 25 ppcm ± 5 ppcm. Dans le cas de polymères hautement résistants, il est recommandé d'utiliser pour l'essai une concentration de 100 ppcm ± 10 ppcm ou 200 ppcm ± 20 ppcm.

NOTE — On a trouvé que des différences de pression atmosphérique peuvent avoir une influence sur le craquelage par l'ozone lorsque les éprouvettes sont exposées à une concentration constante d'ozone exprimée en parties pour cent millions. On peut tenir compte de cette influence en exprimant la teneur en ozone de l'air ozonisé en fonction de la pression partielle d'ozone, c'est-à-dire en millipascals, et en faisant les comparaisons à pression partielle constante d'ozone. Sous des conditions normales de pression atmosphérique et de température

(101 kPa, 273 K), une concentration d'ozone de 1 ppcm équivaut à une pression partielle de 1,01 mPa. Des directives supplémentaires seront données dans l'ISO 1431-3.

## 8.2 Température

La température d'essai recommandée est  $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ . D'autres températures, par exemple  $30\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  ou  $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , peuvent être utilisées si elles sont plus représentatives des conditions de service prévues, mais les résultats obtenus diffèrent alors de ceux obtenus à  $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

NOTE — Pour des applications où l'on peut rencontrer des températures nettement variables, il est recommandé d'utiliser deux températures, ou plus, couvrant l'étendue de température en service.

## 8.3 Humidité relative

L'humidité relative de l'air ozonisé ne doit normalement pas dépasser 65 % à la température d'essai.

Une humidité très élevée peut avoir une influence sur les résultats; le cas échéant, pour les produits destinés à être utilisés sous des climats humides, l'essai doit être effectué à une humidité relative de 80 % à 90 %, si ceci est réalisable.

## 8.4 Allongement

Les essais doivent normalement être effectués avec des éprouvettes étirées à un ou plusieurs des pourcentages d'allongement suivants :

$5 \pm 1$	$10 \pm 1$	$15 \pm 2$
$20 \pm 2$	$30 \pm 2$	$40 \pm 2$
$50 \pm 2$	$60 \pm 2$	$80 \pm 2$

NOTE — Il convient que l'allongement (ou les allongements) utilisé(s) pour les modes opératoires A et B soit(en)t semblable(s) à celui (ceux) prévu(s) en service.

## 9 Modes opératoires

### 9.1 Généralités

Régler le débit et la température du gaz ozonisé, ainsi que sa teneur en ozone, aux valeurs requises. Mettre en place les éprouvettes étirées, convenablement conditionnées, dans la chambre d'essai. Maintenir les conditions d'essai aux valeurs requises.

Examiner périodiquement les éprouvettes pour suivre le développement du craquelage à l'aide d'une loupe de grossissement environ X 7, les éprouvettes étant éclairées pendant l'examen par une source de lumière disposée convenablement. On peut soit monter la loupe dans une fenêtre située dans la paroi de la chambre, soit retirer de cette chambre pour un temps très court les éprouvettes laissées dans leurs mâchoires. Ne pas manipuler ni heurter les éprouvettes au cours de l'examen.

NOTE — Il convient de ne pas tenir compte des craquelures apparues sur les surfaces qui ont été coupées ou meulées.

Trois modes opératoires possibles peuvent être utilisés pour exposer les éprouvettes.

### 9.2 Mode opératoire A

Étirer les éprouvettes à un allongement de 20 %, les conditionner conformément à 7.2 et les examiner après 72 h dans la chambre d'essai pour voir si des craquelures s'y sont développées. La spécification relative au matériau considéré peut indiquer un autre allongement et une autre durée d'exposition.

### 9.3 Mode opératoire B

Étirer les éprouvettes à un ou plusieurs des allongements indiqués en 8.4 et les conditionner conformément à 7.2. Si l'on utilise un seul allongement, il doit être de 20 %, sauf prescription contraire. Examiner les éprouvettes après 2 h, 4 h, 8 h, 16 h, 24 h, 48 h, 72 h et 96 h et, si nécessaire, à des intervalles appropriés dans la chambre d'essai, et noter le temps correspondant à l'apparition des premières craquelures à chaque allongement.

### 9.4 Mode opératoire C

Étirer les éprouvettes à au moins quatre des allongements indiqués en 8.4 et les conditionner conformément à 7.2. Examiner les éprouvettes après 2 h, 4 h, 8 h, 16 h, 24 h, 48 h, 72 h et 96 h et, si nécessaire, à des intervalles appropriés dans la chambre d'essai, et noter le temps correspondant à l'apparition des premières craquelures à chaque allongement de manière à pouvoir évaluer le seuil de déformation.

NOTE — Pour les modes opératoires B et C, il est parfois inutile d'examiner les éprouvettes après 16 h.

## 10 Expression des résultats

### 10.1 Mode opératoire A

Noter le résultat en indiquant «pas de craquelage» ou «craquelage». S'il est apparu un craquelage et qu'il soit nécessaire d'en évaluer le degré, on peut donner une description des craquelures (par exemple, apparition de craquelures isolées, nombre de craquelures par unité de surface et longueur moyenne des 10 craquelures les plus grandes), ou photographier l'éprouvette craquelée.

### 10.2 Mode opératoire B

Prendre la durée d'exposition nécessaire à l'apparition des premières craquelures comme mesure de la résistance à l'ozone à l'allongement prescrit.

### 10.3 Mode opératoire C

Indiquer l'intervalle dans lequel se situe le seuil de déformation, en mentionnant l'allongement le plus élevé auquel aucun craquelage n'a été décelé et l'allongement le plus faible auquel un craquelage a été observé après le temps d'exposition prescrit. Si plusieurs essais répétés donnent des résultats différents, noter les valeurs extrêmes observées, par exemple si l'on utilise trois éprouvettes à chacun des allongements 10 %, 15 % et 20 % et si une seule éprouvette présente un craquelage à 10 %, une seule à 15 % et toutes trois à 20 %, l'intervalle noté doit être de 10 % à 20 %. On peut utiliser une représentation graphique pour aider à interpréter les résultats.

NOTES

1 Une méthode, qui s'est révélée intéressante, consiste à porter le logarithme de l'allongement en fonction du logarithme du temps correspondant au premier craquelage. Si on le désire, on peut porter à la fois le temps le plus long auquel on ne voit aucune craquelure et le temps le plus court où l'on observe des craquelures. Lorsque c'est possible, on peut tracer une courbe régulière en considérant l'intervalle entre le temps le plus long sans craquelures et le temps le plus court avec craquelures à chaque allongement, pour faciliter l'évaluation du seuil de déformation à n'importe quel moment de la période d'essai (voir figure 4). Pour certains caoutchoucs, la courbe peut être voisine d'une droite, mais il ne faut pas l'admettre obligatoirement, car cela peut conduire à des erreurs importantes dans l'estimation du seuil de déformation. Sauf prescription contraire, il convient d'utiliser le seuil de déformation à la fin de la période d'essai.

2 Avec certains caoutchoucs, une représentation linéaire de la déformation en fonction du temps correspondant aux premières craquelures permet d'observer l'existence d'un seuil de déformation critique.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) Détails concernant l'échantillon:

- 1) description complète de l'échantillon et origine de celui-ci;
- 2) identification du mélange;
- 3) méthode de préparation des éprouvettes à partir de l'échantillon, par exemple moulage ou découpage.

b) Méthode d'essai:

- 1) référence à la présente partie de l'ISO 1431;
- 2) mode opératoire utilisé (A, B ou C);

- 3) type et dimensions de l'éprouvette;
- 4) indiquer si un support rotatif a été utilisé.

c) Détails concernant l'essai:

- 1) concentration d'ozone et méthode d'estimation;
- 2) température d'essai;
- 3) température de conditionnement, si elle diffère de la température normale;
- 4) humidité, si elle diffère de celle qui est prescrite;
- 5) vitesse d'écoulement de l'air;
- 6) étirement(s) des éprouvettes;
- 7) durée de l'essai;
- 8) toutes opérations non normalisées.

d) Résultats d'essai:

- 1) nombre d'éprouvettes soumises à l'essai pour chaque allongement;
- 2) pour le mode opératoire A seulement, indiquer s'il s'est produit un craquelage (si nécessaire, indiquer aussi la nature de tout craquelage);
- 3) pour le mode opératoire B seulement, temps auxquels apparaissent les premières craquelures;
- 4) pour le mode opératoire C seulement, intervalle observé dans lequel se situe le seuil de déformation pour une ou des durées d'exposition appropriées.

e) Date de l'essai.

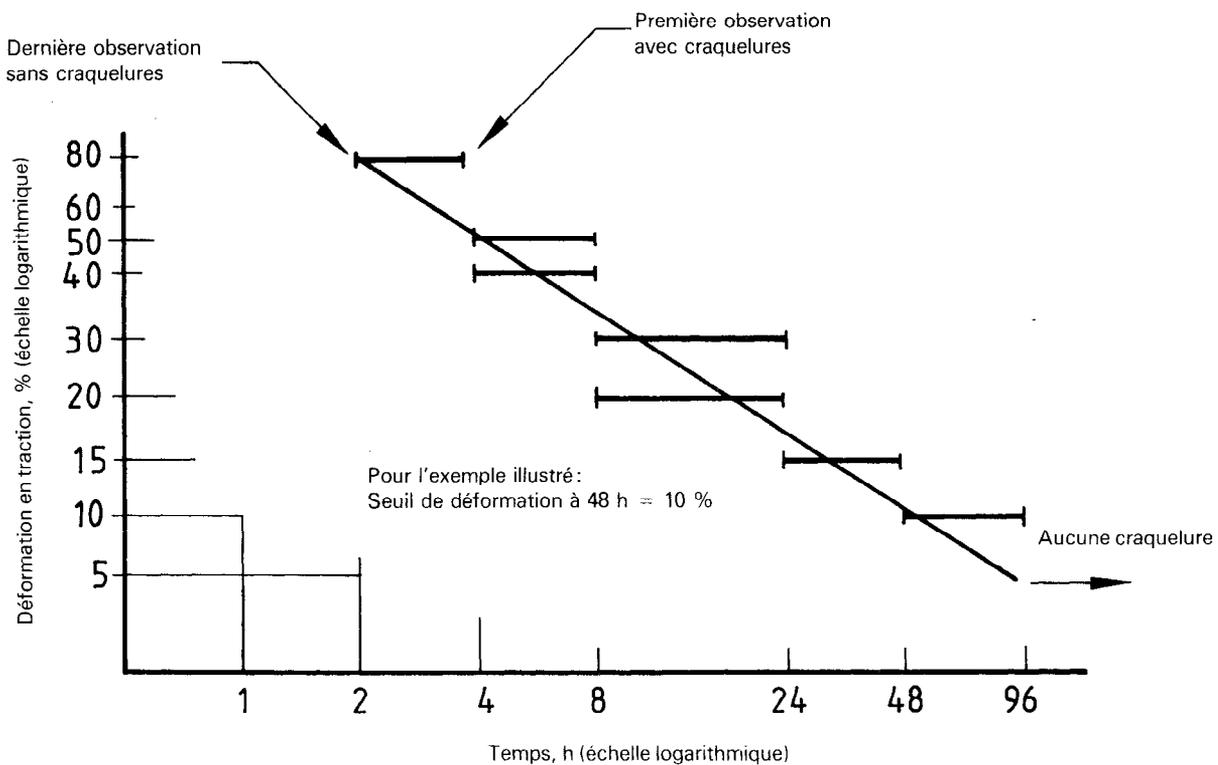


Figure 4 — Représentation graphique des résultats

## Annexe A (informative)

### Notes explicatives

Il ne se forme des craquelures dans le caoutchouc que sur les surfaces soumises à une déformation en traction. Le type de craquelures et la sévérité du craquelage varient selon l'importance et la nature de la déformation appliquée. Sur un article en service, la déformation varie d'un minimum en un point, sans être nécessairement égale à zéro, à un maximum en un autre point. Lorsqu'on mesure la résistance à l'ozone, il convient de considérer le type de craquelures à tous les allongements situés dans cet intervalle.

Le premier critère indiquant qu'un matériau est résistant à l'ozone est l'absence totale de craquelage. Donc, plus le seuil de déformation pour une durée d'exposition donnée est élevé ou plus le seuil de déformation critique est élevé ou plus le délai d'apparition de craquelures sur une éprouvette à un allongement donné est long, meilleure est la résistance à l'ozone.

Cependant, un autre critère peut être nécessaire lorsqu'on admet les craquelures à l'ozone qui se forment sur le caoutchouc, dans une gamme donnée d'allongements et ayant une taille inférieure à une certaine limite. Ce critère est basé sur l'idée qu'un caoutchouc peut être décrit comme plus résistant à l'ozone qu'un autre, si les craquelures à l'ozone qu'il comporte sont moins sévères sur toute la gamme d'allongements rencontrés en service, qu'il y a lieu de prescrire. Il est alors de règle d'indiquer l'aspect visuel des craquelures par l'ozone qui se forment dans l'éprouvette, de manière que la relation globale entre allongement et sévérité du craquelage soit déterminée.

La façon dont le craquelage par l'ozone dépend de l'allongement n'est pas une relation simple. Le nombre de craquelures sur une éprouvette est relié à leur taille et cette relation dépend du seuil de déformation pour une durée d'exposition donnée et de l'allongement appliqué à l'éprouvette, pour n'importe quel matériau donné.

Donc, aucun craquelage par l'ozone ne se produit pour une durée d'exposition donnée à des allongements compris entre zéro et le seuil (par définition). Quelques grandes craquelures se produisent à des allongements légèrement au-dessus du seuil, et deviennent plus nombreuses et plus petites à des allongements de plus en plus élevés. Aux allongements très élevés, les craquelures peuvent être parfois si petites qu'elles sont invisibles à l'œil nu.

Les craquelures se rejoignent au fur et à mesure que la durée d'exposition augmente, en particulier quand elles sont très nombreuses à la surface de l'éprouvette. Il en résulte une augmentation de la longueur de certaines craquelures, mais sans augmentation proportionnelle de leur profondeur. La coalescence est vraisemblablement due autant à un phénomène de déchirement qu'à l'attaque par l'ozone, et entraîne parfois la formation d'un certain nombre de craquelures plus grandes éparpillées parmi les petites craquelures denses qui recouvrent souvent la surface de l'éprouvette aux allongements élevés.