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

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of ageing
characteristics by measurement of stress relaxation in tension*
(standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6914:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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 2014

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Appareillage	2
4 Éprouvettes	2
4.1 Dimensions.....	2
4.2 Nombre.....	3
5 Stockage et conditionnement	3
6 Conditions d'essai	3
6.1 Durée de l'essai.....	3
6.2 Température d'exposition.....	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Méthode A.....	4
7.2 Méthode B.....	4
7.3 Méthode C.....	5
8 Expression des résultats	6
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (normative) Étalonnage	8
Bibliographie	10

[ISO 6914:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abd39ca355/iso-6914-2013>

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 6914:2008) qui a été alignée avec l'ISO 23529 et complétée par des précisions relatives aux dimensions, à l'équipement d'essai et aux méthodes.

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 traction 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, ou
- 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 un abus de langage 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 cette expression a été évité dans la présente Norme internationale 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 convient 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 3384-1 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'examiner 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 6914:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-7abdf39ca355/iso-6914-2013>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

ATTENTION — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets qui pourraient constituer un danger pour l'environnement local. Il convient de se référer à la documentation appropriée pour leur manipulation et leur élimination après utilisation en toute sécurité.

1 Domaine d'application

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

- 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 mesure 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.

Aucune concordance entre les trois méthodes ne peut être déduite. La méthode à utiliser dépend de l'objectif de l'essai.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 188:2011, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur*

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

ISO 18899:2013, *Caoutchouc — Guide pour l'étalonnage du matériel d'essai*

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

3 Appareillage

3.1 Relaxomètre, (pour les méthodes A ou B) comportant deux mâchoires qui maintiennent sans glissement l'éprouvette à une longueur d'étirement déterminée ($\pm 1\%$) 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 de traverse constante, fonctionnant à 50 mm/min et conforme aux exigences spécifiées dans l'ISO 5893:2002, 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.

ISO 6914:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1d832098-a8db-4b8c-9ba9-74bd730a3571/iso-6914-2013>

3.3 Étuve, conforme aux exigences spécifiées dans l'ISO 188:2011, méthode A (vitesse de l'air faible) ou méthode B (vitesse de l'air élevée) et destinée au vieillissement de l'éprouvette.

4 Éprouvettes

4.1 Dimensions

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

Des échantillons d'épaisseur uniforme, inférieure à 1,0 mm ou supérieure à 0,1 mm, peuvent être utilisés, mais peuvent donner des résultats différents.

NOTE Pour des températures supérieures à 125 °C, réduire l'épaisseur de l'éprouvette à 0,5 mm peut être avantageux en raison de l'augmentation de l'effet de la diffusion de l'oxygène à températures élevées.

En variante, des parties de produit ou des produits complets peuvent être utilisées comme éprouvettes en prenant en compte les exigences relatives à l'épaisseur.

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 préférentiel 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 23529.

Dans l'intervalle entre vulcanisation et essai, le matériau et les éprouvettes doivent être protégés de la lumière le plus complètement possible. Ils ne doivent pas pouvoir venir en contact avec des plaques et avec 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 pendant au moins 3 h à l'une des températures normales de laboratoire spécifiées dans l'ISO 23529.

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, 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, exprimé 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

Il convient que le matériau pour essai soit 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 donnée dans l'ISO 23529.

La température doit être maintenue aussi constante que possible pendant l'essai, avec une tolérance de ± 2 °C pour la température normale de laboratoire, de ± 1 °C pour toutes les températures élevées jusqu'à 100 °C, et de ± 2 °C pour toutes les températures élevées supérieures à 100 °C.

Il est crucial pour obtenir les meilleurs résultats que la température soit maintenue aussi stable que possible pendant l'essai pour deux raisons:

- Dans l'ISO 23529, les tolérances sur la température sont de ± 1 °C jusqu'à 100 °C inclus et de ± 2 °C de 125 °C à 300 °C inclus. Cependant, des études ont démontré qu'une variation de température de 1 °C correspond à une variation de 10 % du temps de vieillissement avec un facteur d'Arrhenius de 2, ou 15 % avec un facteur de 2,5. Cela signifie que deux laboratoires réalisant un vieillissement à 125 °C peuvent avoir des temps de vieillissement qui diffèrent l'un de l'autre de 60 % tout en restant conforme à la spécification. Pour obtenir des résultats précis, maintenir la température aussi précisément que possible en plaçant un capteur de température étalonné à proximité des éprouvettes et l'utiliser pour régler l'étuve de façon que la température à cette position soit correcte. Utiliser le facteur de correction à partir du certificat d'étalonnage pour être aussi proche que possible de la température exacte.
- 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.