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

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

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

Part 1: Static and dynamic strain testing

ISO 1431-1:2022

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/05db980a-897d-4ae9-9563-cccc8bf93fd5/iso-1431-1-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1431-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05db980a-897d-4ae9-9563-ccee8bf93fd5/iso-1431-1-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Appareillage	3
5.1 Chambre d'essai sans contrôle de l'humidité (voir Figure 1)	3
5.2 Chambre d'essai avec contrôle de l'humidité (voir Figure 2)	4
5.3 Source d'air ozonisé	4
5.4 Moyens de réglage de la concentration d'ozone	5
5.5 Moyens de détermination de la concentration d'ozone	5
5.6 Moyen de réglage de l'humidité	5
5.7 Moyen de réglage du débit de gaz	5
5.8 Montage des éprouvettes pour essai de déformation statique	6
5.9 Montage des éprouvettes pour essai sous déformation dynamique	6
5.10 Colonne de purification et filtre (légendes 7 et 4 de la Figure 1 et de la Figure 2)	7
5.11 Analyse d'images	7
5.12 Appareils de mesure des propriétés du matériau	7
6 Etalonnage	7
7 Éprouvettes	7
7.1 Généralités	7
7.2 Éprouvette bande large	8
7.3 Éprouvette bande étroite	8
7.4 Éprouvette haltère	8
8 Conditionnement	9
8.1 Conditionnement à l'état non étiré	9
8.2 Conditionnement à l'état étiré (pour essais de déformation statique seulement)	9
9 Conditions d'essai	9
9.1 Concentration d'ozone	9
9.2 Température	10
9.3 Humidité relative	10
9.4 Allongement maximal	10
9.5 Durée d'exposition	11
10 Essai de déformation statique	11
10.1 Généralités	11
10.2 Mode opératoire A	11
10.3 Mode opératoire B	11
10.4 Mode opératoire C	11
11 Essai sous déformation dynamique	12
11.1 Généralités	12
11.2 Exposition dynamique continue	12
11.2.1 Choix du mode opératoire	12
11.2.2 Mode opératoire A	12
11.2.3 Mode opératoire B	12
11.3 Exposition dynamique intermittente	13
11.3.1 Mode opératoire d'exposition	13
11.3.2 Mode opératoire A	13
11.3.3 Mode opératoire B	13

12	Expression des résultats	13
12.1	Mode opératoire A	13
12.1.1	Mode opératoire A.1 (Évaluation avec évaluation visuelle)	13
12.1.2	Mode opératoire A.2 (Évaluation avec technique d'analyse d'image)	13
12.2	Mode opératoire B	14
12.3	Mode opératoire C	14
12.3.1	Mode opératoire C.1 (Évaluation avec évaluation visuelle)	14
12.3.2	Mode opératoire C.2 (Évaluation avec technique d'analyse d'image)	15
12.4	Mode opératoire D (Évaluation avec variation des propriétés physiques)	16
13	Rapport d'essai	16
Annexe A (informative) Craquelage par l'ozone — Notes explicatives		18
Annexe B (normative) Programme d'étalonnage		20
Annexe C (informative) Craquelage à l'ozone – Echelles d'évaluation		23
Bibliographie		24

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1431-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05db980a-897d-4ae9-9563-ccee8bf93fd5/iso-1431-1-2022>

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette sixième édition annule et remplace la cinquième édition (ISO 1431-1:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- l'humidité relative a été ajoutée comme une option des conditions d'essai dans le domaine d'application ([Article 1](#));
- l'enceinte d'essai avec contrôle de l'humidité a été spécifiée en [5.2](#);
- les spécifications pour l'essai à humidité élevée ont été ajoutées en [5.5](#) et [9.3](#);
- une éprouvette haltère a été ajoutée en [7.4](#);
- la durée d'exposition a été spécifiée en [9.5](#).
- deux méthodes d'évaluation (observation visuelle et analyse d'images) ont été ajoutées à l'[Article 12](#).
- la détermination des modifications des propriétés physiques ou chimiques a été ajoutée en [12.4](#).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 1431 se trouve sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

L'ozone est généralement présent en petites quantités dans l'atmosphère. Cependant, même de très petites quantités d'ozone peuvent provoquer l'apparition de craquelures sous traction dans les caoutchoucs sensibles, entraînant une perte de résistance. Il est donc nécessaire de déterminer la résistance des caoutchoucs à l'exposition à l'ozone.

En raison des incertitudes liées à l'exposition naturelle, les essais de résistance à l'ozone des caoutchoucs sont normalement réalisés en laboratoire à l'aide de caissons à ozone spécialement conçus.

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 significative selon les conditions, en particulier selon la concentration d'ozone, la température et l'humidité relative. 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'amplitude de celle-ci.

Des notes explicatives sur la nature du craquelage par l'ozone sont données dans l'[Annexe A](#).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1431-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05db980a-897d-4ae9-9563-ccee8bf93fd5/iso-1431-1-2022>

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

Partie 1: Essais sous allongement statique et dynamique

AVERTISSEMENT 1 — 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 déterminer l'applicabilité de toute autre restriction.

AVERTISSEMENT 2 — 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.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les modes opératoires destinés à être utilisés 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 et, si nécessaire, à une humidité relative déterminée dans des conditions qui excluent les effets de la lumière directe.

L'observation visuelle et/ou l'analyse d'images sont utilisées pour évaluer la formation et la croissance des craquelures. Les modifications des propriétés physiques ou chimiques résultant de l'exposition peuvent également être déterminées.

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 suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 1382, *Caoutchouc — Vocabulaire*

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 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 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1382 et les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

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 1 à l'article: Il importe de ne pas confondre seuil de déformation et *seuil de déformation critique* (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 (habituellement déformation en traction) qui varie de manière sinusoïdale avec le temps à un taux de répétition ou à une fréquence définis

Note 1 à l'article: La déformation maximale et le taux de répétition sont utilisés pour décrire les conditions de déformation dynamique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05db980a-897d-4ae9-9563-cccc8bf93fd5/iso-1431-1-2022>

4 Principe

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

Trois modes opératoire différents sont décrites pour l'exposition et l'évaluation du craquelage:

- a) La présence ou l'absence de craquelures est déterminée après exposition durant un temps déterminé à une déformation statique ou à une déformation dynamique, ou à une combinaison de déformation statique et dynamique données. La présence ou l'absence de craquelures est déterminée par examen visuel et/ou analyse d'images. Si nécessaire, une estimation du degré de craquelage est faite.

Si nécessaire, après l'exposition, les propriétés physiques ou chimiques sont mesurées pour déterminer la détérioration des matériaux de l'échantillon en les comparant à celles des pièces originales.

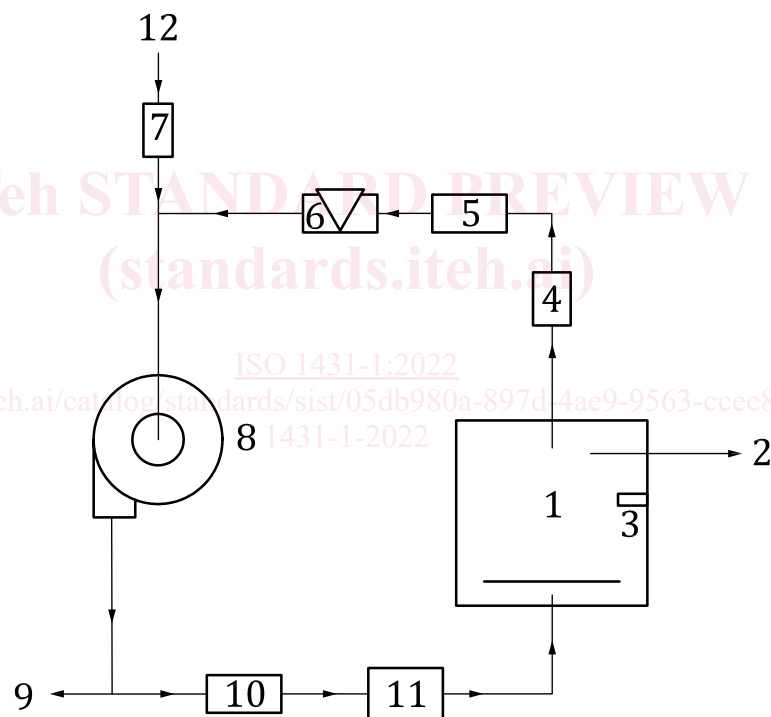
- b) Le temps nécessaire pour qu'apparaissent les premières craquelures est déterminé pour toute déformation statique, toute déformation dynamique, ou toute combinaison de déformation statique et dynamique données.
- c) Le seuil de déformation et le seuil de déformation limite sont déterminés pour n'importe quelle durée d'exposition donnée par examen visuel et/ou analyse d'images (applicable seulement aux essais de déformation statique en traction).

5 Appareillage

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, sachant qu'il convient que la concentration maximale moyenne soit 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 sans contrôle de l'humidité (voir [Figure 1](#))

Elle doit être fermée, non éclairée, thermorégulée 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 du [5.7](#) 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.



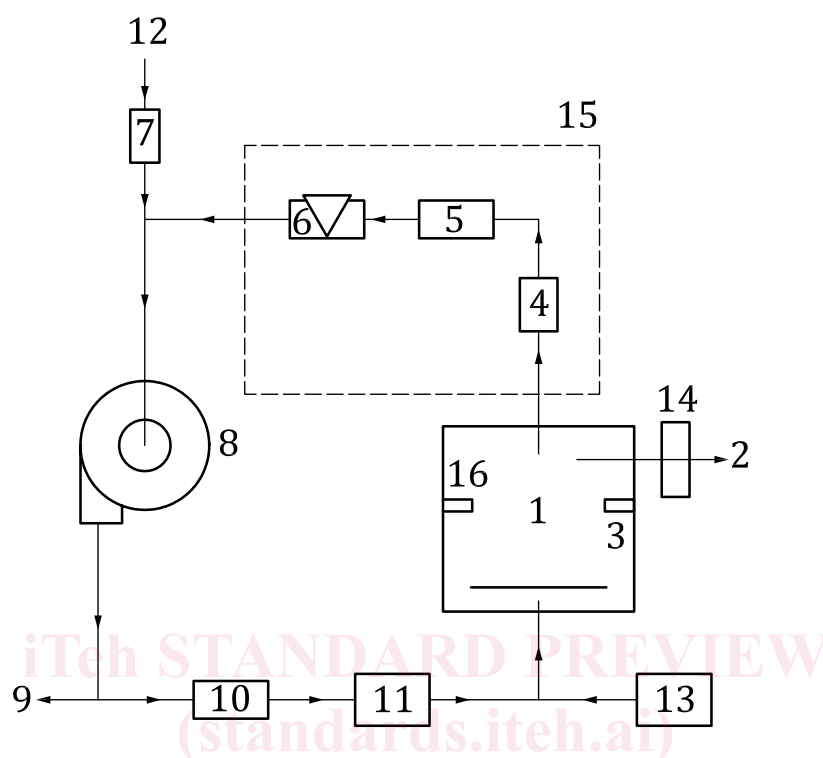
Légende

1	chambre d'essai	7	filtre à air
2	vers le dispositif de mesure de concentration de l'ozone	8	ventilateur
3	indicateur de température	9	sortie d'air
4	colonne de purification	10	échangeur de chaleur
5	débitmètre	11	ozoniseur
6	régulateur	12	entrée d'air

Figure 1 — Exemple d'appareillage d'essai sans contrôle de l'humidité

5.2 Chambre d'essai avec contrôle de l'humidité (voir Figure 2)

Il s'agit d'une chambre qui doit être conforme aux exigences du 5.1 et en plus être capable de contrôler l'humidité relative à $\pm 5\%$ près de l'humidité relative de l'essai.



Légende

1	chambre d'essai	9	sortie d'air
2	vers le dispositif de mesure de concentration de l'ozone	10	échangeur de chaleur
3	indicateur de température	11	ozoniseur
4	colonne de purification	12	entrée d'air
5	débitmètre	13	régulateur d'humidité
6	régulateur	14	déshumidificateur pour dispositif de mesure de la concentration d'ozone
7	filtre à air	15	disposition pour empêcher la condensation de la vapeur d'eau sur le débitmètre et le filtre
8	ventilateur	16	indicateur d'humidité

Figure 2 — Exemple d'appareillage d'essai avec contrôle de l'humidité

5.3 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.

L'air utilisé pour la génération de l'ozone ou pour réaliser la dilution de l'air ozonisé doit être purifié au préalable, par passage sur du charbon actif, et doit être exempt de toutes impuretés susceptibles d'avoir

une influence sur la concentration d'ozone, l'estimation de la concentration en ozone ou le craquelage des éprouvettes d'essai.

NOTE L'interférence par des oxydes d'azote, qui théoriquement peuvent être produits dans un tube à effluves utilisant de l'air, n'est pas attendue aux faibles concentrations d'ozone spécifiées.

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 chaleur destiné à le porter à la température exigée pour l'essai, et doit être amené à l'humidité relative spécifiée (voir 9.3).

5.4 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 la tension appliquée au tube, 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 qu'un tube à effluve est utilisé, 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. Il est également possible de 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 9.1. 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 spécifiée pour l'essai.

Ces réglages peuvent être manuels ou automatiques.

5.5 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.

Dans le cas de contrôle de l'humidité, un dispositif qui déshumidifie l'échantillon de gaz et empêche la condensation de l'humidité dans la ligne d'échantillonnage doit être utilisé afin de mesurer précisément la concentration d'ozone.

La méthode de référence ainsi qu'une autre méthode pour l'évaluation de la concentration d'ozone doivent être en conformité avec l'ISO 1431-3.

5.6 Moyen de réglage de l'humidité

Pour les appareils avec contrôle de l'humidité (5.2), un indicateur d'humidité pour mesurer l'humidité relative dans la chambre d'essai et un humidificateur pour humidifier l'ozone gazeux introduit dans la chambre d'essai doivent être utilisés. L'humidificateur doit être capable de maintenir l'humidité relative spécifiée. Le dispositif de mesure du débit de gaz (débitmètre) ne doit pas être influencé par une humidité élevée. La condensation de la vapeur d'eau au niveau du débitmètre et de la colonne de purification due à une forte humidité doit être évitée.

5.7 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 ± 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 ambiant 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 ± 100) 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.

5.8 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 d'utiliser un support rotatif mécanique monté dans la chambre d'essai et sur lequel sont montés les mâchoires ou les cadres qui maintiennent les éprouvettes, afin d'équilibrer l'effet des différentes concentrations d'ozone dans les différentes parties de la chambre. Pour un exemple de support convenable, les éprouvettes se déplacent à une vitesse de 20 mm/s à 25 mm/s dans un plan normal au courant gazeux et elles suivent successivement le même trajet, de telle sorte qu'une même position à l'intérieur de la chambre est occupée par la même éprouvette toutes les 8 min à 12 min, et que la zone balayée par l'éprouvette (voir [Figure 3](#)) est au moins égale à 40 % de la surface transversale disponible de la chambre.

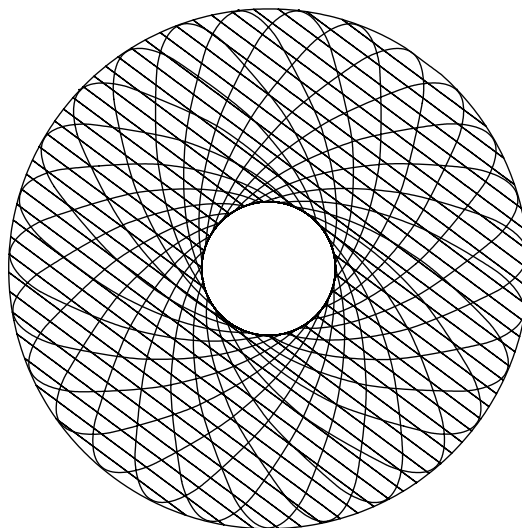


Figure 3 — Trajet de l'éprouvette et zone balayée

5.9 Montage des éprouvettes pour essai sous déformation dynamique

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