
**Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique
— Estimation de la durée de vie et
de la température maximale d'utilisation
au moyen d'un diagramme d'Arrhenius**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Estimation of life-time
and maximum temperature of use from an Arrhenius plot*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11346:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11346 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais physiques et de dégradation*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11346:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997>

© ISO 1997

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation

Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

Lorsque la température s'élève, la vitesse d'une réaction chimique augmente en règle générale. Pour nombre de réactions en chimie organique, une élévation de la température de 10 °C se traduit par une vitesse de réaction deux à trois fois plus grande. L'influence de la température sur les réactions chimiques peut être décrite par l'équation d'Arrhenius:

$$K(T) = A \cdot e^{-E/RT} \quad (1)$$

où

$K(T)$ = constante de la vitesse de réaction (min⁻¹)

A = facteur pré-exponentiel (min⁻¹)

E = énergie d'activation (J/mol)

R = constante des gaz parfaits [8,314 J/(mol·K)]

T = température absolue (K)

L'état d'une réaction chimique est donné par la relation

$$F_x(t) = K(t) \cdot t \quad (2)$$

où

$F_x(t)$ = fonction de l'état de la réaction x

t = temps de réaction (min)

Pour différentes températures T_i , les valeurs des vitesses de réaction K_i sont différentes; en conséquence, une valeur limite donnée F_a d'une réaction sera atteinte après des temps de réaction t_i (temps pour la même valeur) différents, par exemple de t_1 à t_3 sur la figure 1:

$$F_a(t_i) = K_i(T_i) \cdot t_i \quad (3)$$

L'équation d'Arrhenius (1) peut être substituée dans l'équation (3) en donnant

$$F_a(t_i) = A \cdot e^{-E/RT_i} \cdot t_i \quad (4)$$

ou sous la forme logarithmique, en combinant dans B les termes constants

$$\ln t_i = E/RT_i + B \quad (5)$$

La représentation de $\ln t$ en fonction de $1/T$ donne une ligne droite de pente E/R , connue sous le nom de diagramme d'Arrhenius (fig 2). Cependant, le diagramme d'Arrhenius est habituellement présenté avec le \log du temps en fonction de $1/T$. L'énergie d'activation est constante dans l'intervalle de températures où la réaction principale de vieillissement demeure la même. La prédiction du comportement à long terme à partir d'essais de courte durée se fait par extrapolation, en traçant une courbe appropriée au moyen des valeurs correspondant aux essais de courte durée.

L'analyse des résultats doit être faite avec prudence. Le vieillissement par oxydation thermique est contrôlé par la diffusion, et les résultats peuvent être différents en comparant des éprouvettes minces et épaisses. Les réactions dues au vieillissement peuvent aussi varier suivant la température et influencer la caractéristique mesurée, surtout lorsqu'elle dépend de l'équilibre entre les réactions de scission et de réticulation. Les conditions d'essai en laboratoire peuvent aussi être différentes de celle d'utilisation où d'autres facteurs de dégradation peuvent intervenir comme le vieillissement à la lumière et l'attaque par l'ozone.

Pour l'élaboration de cette Norme internationale, il a été tenu compte du contenu de l'ISO 2578 et de la CEI 216.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11346:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997>

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Estimation de la durée de vie et de la température maximale d'utilisation au moyen d'un diagramme d'Arrhenius

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les principes et les méthodes pour l'estimation de la durée de vie et de la température maximale d'utilisation des caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques, au moyen d'un diagramme d'Arrhenius.

Cette méthode est applicable à différents essais du caoutchouc, mais pour des essais sous contrainte ou déformation (fluage, relaxation, etc.), l'évolution physique (viscoélastique) du matériau ne peut être séparée facilement de son changement chimique. L'équation d'Arrhenius cesse alors d'être le seul modèle possible et l'équation de Williams, Landel et Ferry (WLF) peut mieux convenir pour représenter le changement du matériau en fonction du temps.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 188:—¹⁾, *Caoutchouc vulcanisé — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur.*

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

ISO 2578:1993, *Plastiques — Détermination des limites temps-températures après exposition à l'action prolongée de la chaleur.*

CEI 216 (toutes les parties), *Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent:

3.1 durée de vie: Temps au bout duquel la propriété testée du matériau évalué atteint la valeur limite spécifiée, à la température d'utilisation.

3.2 température maximale d'utilisation: Température à laquelle la propriété testée du matériau évalué atteint la valeur limite spécifiée après le temps indiqué.

3.3 valeur limite: Valeur spécifiée pour la propriété ou changement de la propriété testée.

1) À publier. (Révision de l'ISO 188:1982)

4 Principe

4.1 À une température d'essai choisie, les variations de la valeur numérique d'une propriété, par exemple une propriété mécanique ou viscoélastique, sont déterminées en fonction du temps.

L'essai est poursuivi jusqu'à ce que la valeur limite attribuée à cette propriété soit dépassée, pour que la durée de vie pour cette température particulière de vieillissement puisse être déterminée.

De nouveaux essais sont effectués à au moins deux autres températures.

4.2 Les durées de vie obtenues sont portées en fonction de la température sur un diagramme d'Arrhenius et la ligne droite obtenue est extrapolée jusqu'à la température d'utilisation.

4.3 Bien que l'extrapolation puisse être étendue jusqu'à des durées extrêmement longues, il faut tenir compte du fait qu'une réaction chimique aux températures les plus élevées peut être progressivement remplacée par une réaction différente aux températures plus basses. Dans un tel cas, la courbe de dégradation s'écartera normalement d'une ligne droite. En raison de ces considérations, l'extrapolation est souvent limitée de 30 °C à 40 °C au-delà du dernier point d'essai. Si une extrapolation plus importante est nécessaire, on doit s'attendre à la plus grande incertitude dans les résultats.

5 Sélection de l'essai

L'essai choisi doit concerner une propriété qui est censée avoir de l'importance en pratique. Chaque fois que possible, il doit utiliser des méthodes faisant l'objet de Normes internationales.

Les propriétés suivantes sont souvent utilisées: résistance à la traction, allongement à la rupture, relaxation de contrainte en compression ou en tension, déformation rémanente après compression ou tension, ou fluage.

6 Sélection de la valeur limite

ISO 11346:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-461477619546/iso-11346-1997)

La valeur limite doit être choisie de préférence de façon à correspondre aux conditions d'utilisation.

Un changement de 50 % de la valeur initiale de la propriété testée est souvent utilisée. Pour des propriétés telles que la déformation rémanente après compression et la relaxation de contrainte, une réduction de la valeur ne dépassant pas 50 % est souvent utilisée.

7 Éprouvettes

7.1 Les dimensions et la méthode de préparation des éprouvettes doivent être conformes aux spécifications indiquées pour la méthode d'essai concernée.

7.2 Le nombre total d'éprouvettes nécessaires dépend

- du nombre d'éprouvettes exigé par la méthode d'essai correspondante;
- du nombre de durées d'essai à faire pour trouver la valeur limite pour chacune des températures choisies;
- du nombre de températures d'essai;
- du nombre d'essais de contrôle à faire avec des éprouvettes de référence pour chaque période de chauffage.

Il est recommandé de soumettre au vieillissement un nombre d'éprouvettes supérieur au minimum nécessaire dans le cas où des problèmes surviendraient après plusieurs semaines, mois ou années de vieillissement.

7.3 Les essais peuvent souvent être effectués en choisissant des durées selon une échelle logarithmique, par exemple 1 jour, 2 jours, 4 jours, 1 semaine, 2 semaines, 4 semaines, 8 semaines, 16 semaines, 32 semaines, etc. Des intervalles de temps logarithmiques peuvent cependant être tout à fait inappropriés dans certains cas de vieillissement par thermo-oxydation, de relaxation physico-chimique et de réactions autocatalytiques, pour lesquels des intervalles plus rapprochés peuvent être nécessaires.

7.4 Dans le cas de déformation rémanente après compression, de déformation rémanente après tension et de relaxation, les essais après les différentes durées peuvent être effectués de préférence sur les mêmes éprouvettes, de façon à réduire le nombre d'éprouvettes nécessaires. Cela réduit également les variations dans les résultats d'essai.

8 Température d'essai

8.1 La sélection des températures d'essai implique une connaissance préalable des caractéristiques de vieillissement approximatives du matériau testé. En l'absence d'une telle connaissance, des essais préliminaires doivent être faits. L'information obtenue aidera à choisir les températures d'essai les mieux adaptées à l'évaluation du matériau.

8.2 Les éprouvettes doivent être testées à au moins trois températures, couvrant un intervalle convenable pour établir l'estimation de la durée de vie par extrapolation avec le degré de précision requis. La température la plus basse doit être choisie de façon que le temps nécessaire pour atteindre la valeur limite soit au moins de 1 000 h. De même, la température la plus élevée doit être choisie de façon que le temps nécessaire pour atteindre la valeur limite ne soit pas inférieur à 100 h. Les températures utilisées doivent être choisies de préférence parmi les températures d'essai normalisées indiquées dans l'ISO 471.

iTeh STANDARD PREVIEW

9 Étuves de vieillissement (standards.iteh.ai)

9.1 Une étuve de vieillissement remplissant les exigences de l'ISO 188 peut être utilisée.

Lorsque les essais sont effectués dans un milieu autre que l'air, la méthode de contrôle de la température doit être adaptée à ce milieu particulier.

9.2 Lorsque les essais sont effectués dans l'air, des étuves ayant un taux de renouvellement et une vitesse de circulation de l'air connus peut être utilisées.

La vitesse de l'air et son taux de renouvellement doivent être ajustés pour s'assurer que le niveau de dégradation thermique n'est pas influencé par l'accumulation des produits et ingrédients évaporés ou par la baisse d'oxygène. Il est démontré qu'une vitesse trop élevée du passage de l'air augmente la détérioration causée par l'élévation de l'oxydation et la volatilisation des antioxydants et des agents de ramollissement.

9.3 En raison du risque de contamination entre des éprouvettes de matériaux caoutchouc différents, utiliser des étuves ou des cellules distinctes pour chaque matériau.

10 Mode opératoire

10.1 Pour commencer le mode opératoire, procéder à l'essai de référence avec le nombre nécessaire d'éprouvettes, conditionnées et testées conformément à la méthode d'essai normalisée appropriée.

10.2 Mettre le nombre d'éprouvettes nécessaires dans chacune des étuves réglées aux températures choisies.

10.3 À la fin de chaque durée de chauffage, conditionner, si nécessaire, les éprouvettes à examiner, dans les conditions appropriées et procéder aux essais selon les méthodes sélectionnées.

10.4 Poursuivre selon cette procédure jusqu'à ce que la valeur numérique de la propriété observée ait dépassé la valeur limite fixée.

11 Expression des résultats

11.1 Pour faciliter la détermination du temps au bout duquel la valeur limite est atteinte, tracer à partir des résultats une courbe donnant la valeur de la propriété désignée en fonction du temps. Déterminer par interpolation les valeurs t_1 , t_2 , t_3 , etc. L'exemple d'une telle courbe est donnée à la figure 1.

11.2 Porter sur un graphique le log du temps au bout duquel la valeur limite est atteinte à chaque température d'essai en fonction de la réciproque de la température d'essai sous la forme $1/T$ (T = température absolue, en kelvins). Tracer la ligne droite passant le plus près de ces points en utilisant éventuellement les méthodes statistiques habituelles.

Si une ligne droite ne convient pas, réaliser des essais supplémentaires à d'autres températures intermédiaires. Si à nouveau une ligne droite ne convient pas, la tentative doit être abandonnée.

Durée de vie: Pour obtenir une estimation de la durée de vie, prolonger la droite tracée jusqu'à la température d'utilisation. L'exemple d'une telle détermination est donnée à la figure 2.

Température maximale d'utilisation: Pour obtenir une estimation de la température maximale d'utilisation, prolonger la droite tracée jusqu'à la durée spécifiée. Une durée de 20 000 h est souvent retenue pour déterminer une température maximale d'utilisation.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

12 Rapport d'essai

La rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente Norme internationale; [ISO 11346:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e81c1c-a255-409e-bbe3-46da776b95d6/iso-11346-1997)
- b) précisions relatives à l'échantillon:
- 1) l'identification complète du matériau testé,
 - 2) les dimensions et la méthode de préparation des éprouvettes avec la référence à la norme ISO correspondante,
 - 3) la propriété sélectionnée et la référence à la norme ISO correspondante,
 - 4) la valeur limite de la propriété,
 - 5) les durées et les températures du conditionnement des éprouvettes;
- c) précisions relatives au vieillissement:
- 1) le type d'étuve utilisé et des précisions sur les taux de renouvellement de l'air et sur la vitesse de circulation de l'air,
 - 2) les durées et les températures d'exposition dans les étuves,
 - 3) des indications précises sur les conditions de vieillissement;
- d) résultats d'essai:
- 1) les diagrammes selon 11.1 et 11.2,
 - 2) la prédiction de la durée de vie à une température d'essai retenue, ainsi que la température d'utilisation ou la température maximale d'utilisation pour une durée définie;
- e) date de l'essai.

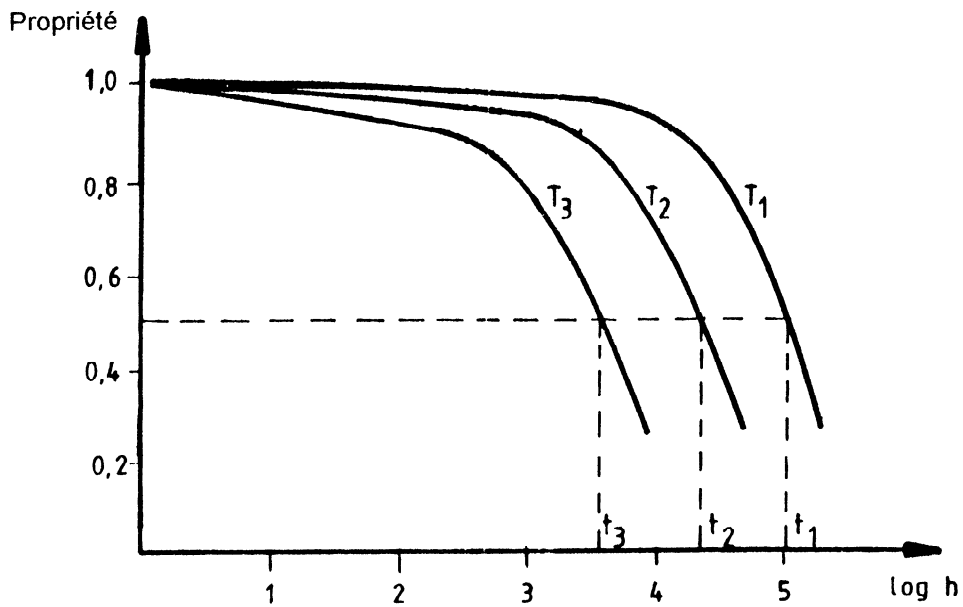


Figure 1. Propriété du matériau en fonction du temps

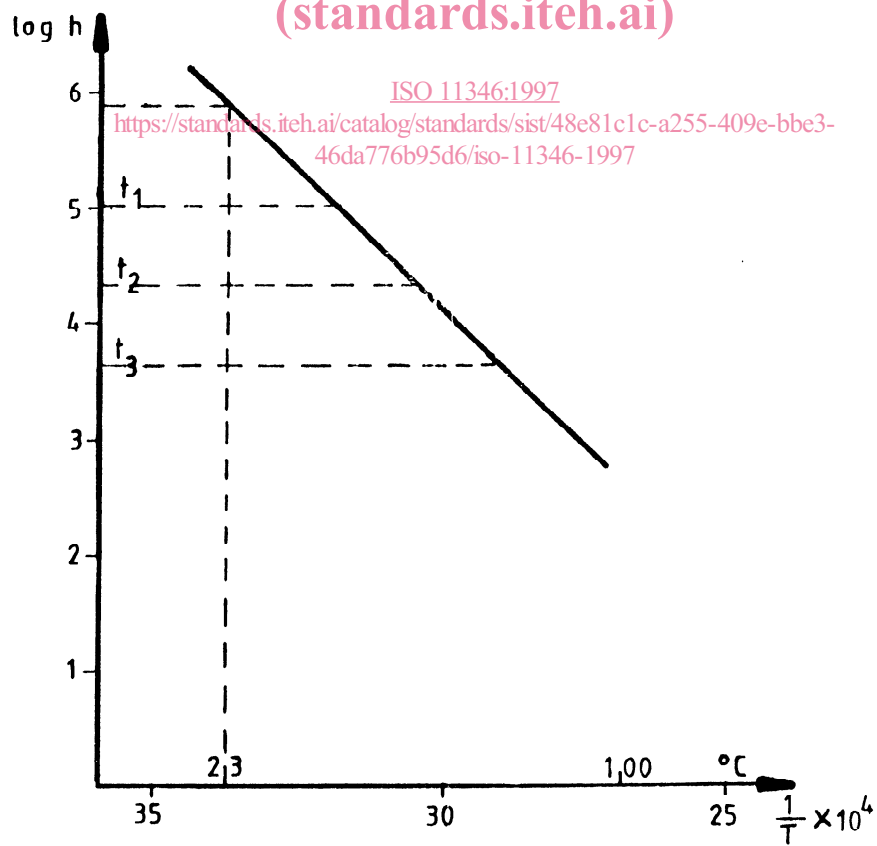


Figure 2. Diagramme d'Arrhenius (temps en fonction de la température)