45

Norme internationale 188

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Caoutchouc vulcanisé — Essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur

Rubber, vulcanized — Accelerated ageing or heat-resistance tests

Deuxième édition — 1982-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31217f7e-1659-4257-8875-b7a6323ec061/iso-188-1982

CDU 678.4/7.063 : 678.019.391 : 620.199 **Réf. nº : ISO 188-1982 (F)**

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai de vieillissement, essai à haute température.

Prix basé sur 4 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 188 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5121717e-1659-4257-8875-b7a6323ec061/iso-188-1982

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 188-1976), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Belgique	Iran	Suisse
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
Espagne	Pays-Bas	USA

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

© **Organisation internationale de normalisation, 1982** ●

Imprimé en Suisse

Caoutchouc vulcanisé — Essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur

0 Introduction

Les essais de vieillissement accéléré ou d'exposition à la chaleur sont destinés à évaluer la résistance relative des vulcanisats à base de caoutchouc à la détérioration en fonction du temps. Dans ce but, le caoutchouc est soumis à des conditions d'altération contrôlées durant des périodes définies, les propriétés appropriées étant ensuite mesurées et comparées aux propriétés correspondantes du caoutchouc non vieilli.

Le but de ces essais consiste à évaluer la détérioration du caoutchouc.

a) durant des périodes prolongées à une température normale ou à température élevée dans l'air, ou

b) pendant l'utilisation aux températures élevées et sous une pression élevée d'oxygène.

Deux types de méthodes d'essai sont donnés dans la présente Norme internationale, à savoir :

a) méthodes à l'étuve à air (utilisant une étuve normale ou une étuve compartimentée);

b) méthode à l'oxygène sous pression.

Le choix de la durée, de la température et de l'atmosphère auxquelles les éprouvettes sont exposées, dépend du but de l'essai et du type de polymère.

Dans les essais à l'étuve à air, l'altération est accélérée par élévation de la température et, dans l'oxygène sous pression, par augmentation de la concentration d'oxygène et de la température. Le degré d'accélération de l'évolution ainsi produite varie d'un vulcanisat à un autre et d'une propriété à l'autre.

Les conséquences en sont les suivantes :

a) Les essais accélérés ne reproduisent pas réellement, dans toutes les circonstances, les changements dus au vieillissement naturel.

b) Les essais accélérés fournissent parfois des renseignements inexacts quant au comportement relatif de différents caoutchoucs, en ce qui concerne leur durée de vie naturelle ou à l'emploi; ainsi, des essais effectués à des températures nettement supérieures à la normale ou aux températures d'emploi peuvent donc tendre à unifier la durée de vie apparente de caoutchoucs qui se détériorent à des degrés différent en stockage ou à l'emploi. Il est donc utile d'effectuer des essais à une ou plusieurs températures intermédiaires en vue de vérifier la valeur d'un vieillissement accéléré à des températures élevées.

c) Des propriétés différentes mesurées après des essais accélérés peuvent ne pas classer différents caoutchoucs de la même façon quant à la durée de vie relative, et peuvent même les placer dans un ordre de valeur. C'est pourquoi la détérioration doit être mesurée par les variations dans la, ou les propriétés qui sont d'un intérêt pratique, à condition qu'elles puissent être mesurées avec une précision raisonnable.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f2f17f7e-1659-4257-8875-07a6323ec061/iso-188-1982

Il est à remarquer que les essais de vieillissement dans l'étuve à air et la pression d'oxygène ne doivent pas être utilisés pour simuler le vieillissement naturel qui se produit en présence soit de lumière, soit d'ozone, lorsque les caoutchoucs sont étirés.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux types d'essais de résistance au vieillissement accéléré ou à la chaleur des caoutchoucs vulcanisés, à savoir : des méthodes à l'étuve à air (utilisant une étuve normale ou une étuve compartimentée) et une méthode à l'oxygène sous pression.

2 Référence

ISO 1826, *Caoutchouc vulcanisé — Délai entre vulcanisation et essai — Spécifications.*

3 Vieillissement accéléré par chauffage dans l'air

3.1 Principe

Des éprouvettes sont soumises à une détérioration controlée, causée par l'air à une température élevée et à la pression atmosphérique, après laquelle les caractéristiques physiques sont mesurées et comparées à celles des éprouvettes non vieillies.

Les caractéristiques physiques qui interviennent au cours de l'application en service sont utilisées pour mesurer la détérioration; cependant, si ces caractéristiques ne sont pas fixées, il est recommandé de mesurer la résistance à la rupture, la force correspondant à un allongement intermédiaire donné, et la dureté.

Dans cet essai, la concentration d'oxygène est faible et, si l'oxydation est rapide, l'oxygène ne peut se diffuser assez rapidement à travers le caoutchouc pour maintenir une oxydation uniforme. C'est la raison pour laquelle l'essai est susceptible de donner des résultats erronés avec des caoutchoucs ayant un faible vieillissement, quand l'épaisseur normale spécifiée dans la Norme internationale relative à la méthode d'essai est adoptée.

3.2 Appareillage

3.2.1 Étuve compartimentée, constituée d'un ou plusieurs compartiments cylindriques verticaux ayant une hauteur minimale de 300 mm et de dimensions telles que l'espace occupé par les éprouvettes ne dépasse pas 10 % de la capacité du compartiment. Les compartiments doivent être entourés d'un milieu thermorégularisé (bloc d'aluminium, bain liquide ou vapeur saturée).

L'air qui passe dans un compartiment ne doit pas entrer dans les autres.

Une circulation lente d'air dans les compartiments doit être prévue avec un minimum de trois et un maximum de dix renouvellements par heure.

À son entrée dans les compartiments, l'air doit être porté à la température spécifiée, à 1 °C près.

La température des compartiments doit être constante et telle que les éprouvettes soient maintenues à ± 1 °C ou ± 2 °C de la température d'essai spécifiée, suivant les tolérances prévues pour la température utilisée (voir 3.7). La régulation et le mesurage de la température doivent être effectués par un moyen approprié.

Ni cuivre, ni alliages contenant du cuivre ne doivent être utilisés pour la construction de la chambre de chauffage.

3.2.2 Étuve normale, d'une capacité telle que le volume total des éprouvettes ne dépasse pas 10 % de l'espace libre de l'étuve. Les éprouvettes doivent pouvoir être suspendues de façon à être distantes d'au moins 10 mm les unes des autres et de 50 mm des parois de l'étuve.

Une circulation lente d'air dans l'étuve doit être prévue avec un minimum de trois et un maximum de dix renouvellements par heure.

Avant d'entrer en contact avec les éprouvettes, l'air qui entre dans l'étuve doit être porté à la température spécifiée de l'étuve, à 1 °C près.

La température de l'étuve doit être thermorégularisée de façon que les éprouvettes soient maintenues à ± 1 °C ou ± 2 °C de la température d'essai spécifiée, suivant les tolérances prévues pour la température utilisée, pendant toute la période de chauffage (voir 3.7). Un thermomètre, ou un thermocouple, doit être placé près du centre des éprouvettes pour enregistrer la température d'essai réelle.

Ni cuivre, ni alliages contenant du cuivre ne doivent être utilisés pour la construction de la chambre de l'étuve.

3.3 Éprouvettes

Il est recommandé que l'essai de vieillissement accéléré ou de résistance à la chaleur soit effectué sur des éprouvettes préparées et conditionnées conformément aux conditions d'essai appropriées pour la proposition concernée, et non sur des articles entiers ou sur des échantillons en forme de feuilles; de plus, leur forme doit être telle qu'aucun traitement mécanique, chimique ou thermique ne soit nécessaire après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, offrant approximativement la même surface au vieillissement, doivent être comparées. Le nombre d'éprouvettes doit être conforme aux spécifications des Normes internationales relatives aux essais appropriés. Les éprouvettes doivent être mesurées avant le chauffage, mais, lorsque c'est possible, le marquage doit être effectué après le chauffage, car les encres de marquage peuvent affecter le vieillissement du caoutchouc.

Il est nécessaire de veiller à ce que le matériau utilisé pour identifier les éprouvettes ne soit pas appliqué dans une zone critique de l'éprouvette, qu'il ne soit pas de nature à détériorer le caoutchouc et qu'il ne soit pas détruit pendant le chauffage. Il faut également s'assurer que les éprouvettes aient une surface bien lisse, exempte de taches ou de petits défauts superficiels.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31217f7e-1659-4257-8875-b7a6323ec061/iso-188-1982

3.4 Délai entre vulcanisation et essai

Les prescriptions de l'ISO 1826 doivent être observées.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Emploi de l'étuve compartimentée

Placer les éprouvettes dans les compartiments après que l'étuve a été préalablement portée à la température d'essai, en plaçant un seul mélange par compartiment. Les éprouvettes doivent être immobiles, exemptes de tension, exposées librement à l'air sur toutes leurs faces et à l'abri de la lumière.

À la fin de la période de chauffage, retirer les éprouvettes des compartiments et les conditionner durant au moins 16 h et au plus 6 jours , sans tension, dans une atmosphère conforme à celle qui est spécifiée pour le mesurage de la caractéristique concernée.

3.5.2 Emploi de l'étuve normale

Placer les éprouvettes dans l'étuve après que cette dernière a été préalablement portée à la température d'essai. Les éprouvettes doivent être immobiles, exemptes de tension, exposées librement à l'air sur toutes leurs faces et à l'abri de la lumière.

À la fin de la période de chauffage, retirer les éprouvettes de l'étuve et les conditionner durant au moins 16 h et au plus 6 jours, sans tension, dans une atmosphère conforme à celle qui est spécifiée pour le mesurage de la caractéristique concernée.

Il convient d'éviter de faire chauffer simultanément des mélanges de types différents dans la même étuve, en raison des risques de migration du soufre, des antioxydants, des peroxydes ou des plastifiants; c'est pourquoi l'emploi de compartiments individuels est fortement recommandé. Cependant, pour les cas où il n'est pas possible d'utiliser des compartiments individuels, le vieillissement simultané n'est recommandé que dans l'un des cas suivants :

a) polymères du même type général;

b) vulcanisats contenant le même type d'accélérateur et approximativement la même proportion de soufre par rapport à l'accélérateur;

c) vulcanisats contenant le même type d'antioxydant;

d) vulcanisats contenant le même type et la même quantité de plastifiant.

3.6 Durée d'essai

La durée nécessaire pour obtenir un degré de détérioration des éprouvettes dépend du type de caoutchouc à l'examen. Il est recommandé de choisir parmi les durées suivantes : 1 — 3 — 7 — 10 ou un multiple de 7 jours.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les durées choisies doivent être telles que la détérioration des éprouvettes ne soit pas trop poussée, au point d'empêcher la détermination des valeurs finales des caractéristiques physiques.

ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f1f7fc1-1b9d-425f-a8f5-b7a6323ec061/iso-188-1982

3.7 Température d'essai

L'étuve doit être maintenue à l'une des températures suivantes :

70 ± 1 °C	175 ± 2 °C
85 ± 1 °C	200 ± 2 °C
100 ± 1 °C	250 ± 3 °C
125 ± 2 °C	275 ± 3 °C
150 ± 2 °C	300 ± 3 °C

La spécification du produit doit indiquer la température à adopter.

PRÉCAUTION — En cas d'élévation de la température de l'étuve, il peut être nécessaire de réduire le temps d'exposition. Par ailleurs, il est à noter que plus la différence entre le vieillissement et les conditions d'emploi est grande, moins la corrélation entre le vieillissement et la durée d'emploi est bonne.

3.8 Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés en conformité avec les Normes internationales relatives aux essais de la propriété concernée.

Les résultats d'essai des éprouvettes non vieillies et vieillies doivent être notés, ainsi que le changement pour cent dans la valeur de la caractéristique mesurée (dans les cas appropriés), calculé à l'aide de la formule

$$\frac{x_a - x_o}{x_o} \times 100$$

où

x_o est la valeur de la caractéristique avant vieillissement;

x_a est la valeur de la caractéristique après vieillissement.

Le changement dans la dureté doit être exprimé comme la différence calculée à l'aide de la formule $x_a - x_o$.

4 Vieillissement accéléré par chauffage dans l'oxygène

4.1 Principe

Des éprouvettes sont exposées à une température et à une pression d'oxygène élevées; après quoi, les caractéristiques physiques sont mesurées et comparées à celles des éprouvettes non vieillies. Les caractéristiques physiques qui interviennent au cours de l'application en service sont utilisées pour mesurer le degré d'altération; cependant, si ces caractéristiques ne sont pas fixées, il est recommandé de mesurer la résistance à la rupture, la force correspondant à un allongement intermédiaire donné, l'allongement à la rupture et la dureté.

Au cours de cet essai, l'augmentation de la concentration en oxygène en provoque une diffusion rapide et favorise l'obtention d'une oxydation uniforme. D'un autre côté, cette oxydation artificielle peut provoquer des modifications exagérées de l'oxydation par rapport à celles qui se produisent réellement après vulcanisation, de façon que l'effet global peut ne pas être représentatif du vieillissement naturel.

4.2 Appareillage

4.2.1 Chambre sous pression d'oxygène, constituée d'un récipient en acier inoxydable ou en tout autre matériau approprié, susceptible de contenir une atmosphère d'oxygène sous pression. La chambre doit comporter des dispositifs adéquats permettant de placer les éprouvettes en caoutchouc à l'intérieur et de les soumettre à une température constante. Les dimensions de la chambre sont quelconques, mais doivent être choisies de façon que le volume total des éprouvettes ne dépasse pas 10 % de l'espace libre de la chambre.

Aucun élément de cuivre ou de laiton ne doit être employé pour la construction de la chambre ou dans les canalisations qui conduisent l'oxygène du réservoir à la chambre de vieillissement.

4.2.2 Thermostat, pour thermorégulariser la température du fluide thermique[1] qui entoure la chambre sous pression de façon que la température des éprouvettes dans la chambre se maintienne à 70 ± 1 °C.

1) Pour des raisons de sécurité, il est déconseillé d'employer dans un tel appareil un fluide combustible, comme par exemple une huile minérale, en tant que fluide thermique, en raison de la présence d'oxygène.

4.2.3 Thermocouple, ou tout autre dispositif approprié, placé près du centre des éprouvettes afin d'enregistrer la température d'essai réelle.

4.2.4 Soupape de sûreté, fonctionnant bien à une pression de 3,5 MPa.*

4.2.5 Manomètre.

4.3 Éprouvettes

Il est recommandé que l'essai de vieillissement accéléré par chauffage dans l'oxygène soit effectué sur des éprouvettes préparées et conditionnées conformément aux conditions d'essai appropriées pour la propriété concernée, et non sur des articles entiers ou sur des échantillons en forme de feuilles; de plus, leur forme doit être telle qu'aucun traitement mécanique, chimique ou thermique ne soit nécessaire après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, offrant approximativement la même surface au vieillissement, doivent être comparées. Le nombre d'éprouvettes doit être conforme aux spécifications des Normes internationales relatives aux essais appropriés. Les éprouvettes doivent être mesurées avant le chauffage, mais, lorsque c'est possible, le marquage doit être effectué après le chauffage, car les encres de marquage peuvent affecter le vieillissement du caoutchouc.

Il est nécessaire de veiller à ce que le matériau utilisé pour identifier les éprouvettes ne soit pas appliqué dans une zone critique de l'éprouvette, qu'il ne soit pas de nature à détériorer le caoutchouc et qu'il ne soit pas détruit pendant le vieillissement. Il faut également s'assurer que les éprouvettes aient une surface bien lisse, exempte de taches ou de petits défauts superficiels.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3121717e-1659-4297-8875-b7fc6223ec061/iso-188-1982

4.4 Délai entre vulcanisation et essai

Les prescriptions de l'ISO 1826 doivent être observées.

4.5 Mode opératoire

Suspendre les éprouvettes verticalement dans la chambre sous pression après que cette dernière a été préalablement portée à la température d'essai. Avant l'essai, éliminer l'air du récipient par évacuation de l'oxygène sous pression et nouveau remplissage. Les éprouvettes à l'intérieur de la chambre doivent être immobiles, exemptes de tension et exposées librement à l'oxygène sur toutes leurs faces.

Admettre l'oxygène dans la chambre jusqu'à l'obtention d'une pression de 2,1 ± 0,1 MPa à 70 °C; l'exposition à l'oxygène doit être continue durant le temps spécifié, sans diminution de pression, ni ouverture de la chambre.

À la fin de la période de vieillissement, abaisser la pression de la chambre lentement et uniformément, de façon que cette opération prenne au moins 5 min. Retirer les éprouvettes de la chambre et les conditionner durant au moins 16 h et au plus 6 jours, sans tension, dans une atmosphere conforme à celle qui est spécifiée pour le mesurage de la caractéristique concernée.

Il convient d'éviter de faire vieillir simultanément des mélanges de types différents, en raison des risques de migration du soufre, des antioxydants, des peroxydes ou des plastifiants; c'est pourquoi l'emploi de chambres de pression individuelles est fortement recommandé. Cependant, pour les cas où il n'est pas possible d'utiliser un équipement avec plusieurs chambres individuelles sous pression, le vieillissement simultané n'est recommandé que dans l'un des cas suivants :

a) polymères du même type général;

b) vulcanisats contenant le même type d'accélérateur et approximativement la même proportion de soufre par rapport à l'accélérateur;

c) vulcanisats contenant le même type d'antioxydant;

d) vulcanisats contenant le même type et la même quantité de plastifiant.

PRÉCAUTION — Des mesures de sécurité appropriées doivent être prises en cas de chauffage des matériaux organiques oxydables en présence d'oxygène sous pression. En effet, le taux d'oxydation peut, dans certains cas, s'élever rapidement, en particulier lorsque le matériau présente une grande surface.

4.6 Durée de l'essai

La durée nécessaire pour obtenir un degré de détérioration des éprouvettes dépend du type de caoutchouc à l'examen. Dans un but d'uniformité, il est recommandé que la durée du vieillissement soit de 24 h ou d'un multiple de 24 h.

4.7 Température et pression d'essai

Les éprouvettes doivent être vieillies, à une température de 70 ± 1 °C sous une pression de 2,1 ± 0,1 MPa.

4.8 Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés en conformité avec les Normes internationales relatives aux essais de la propriété concernée.

Les résultats d'essai des éprouvettes non vieillies et vieillies doivent être notés, ainsi que le changement pour cent dans la valeur de la caractéristique mesurée (dans les cas appropriés), calculé à l'aide de la formule

$$\frac{x_a - x_o}{x_o} \times 100$$

où

x_o est la valeur de la caractéristique avant vieillissement;

x_a est la valeur de la caractéristique après vieillissement.

Le changement dans la dureté doit être exprimé comme la différence calculée à l'aide de la formule $x_a - x_o$.

* 1 MPa = 1 MN/m²

5 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence de la présente Norme internationale;

b) laquelle des méthodes, à l'étuve à air (étuve normale ou étuve compartimentée) ou à l'oxygène sous pression, a été utilisée;

c) durée et température de vieillissement;

d) caractéristiques déterminées, avec leurs valeurs individuelles, avant et après vieillissement, et, le cas échéant, le changement pour cent;

e) compte rendu de toutes conditions d'essai et opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives, ainsi que de tous les incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 188:1982
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31217f7e-1659-4257-8875-b7a6323ec061/iso-188-1982