

---

---

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

*Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat  
resistance tests*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 188:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 188:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2007

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'ISO à l'adresse ci-après ou du 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Principe</b> .....	1
4 <b>Appareillage</b> .....	2
5 <b>Éprouvettes</b> .....	5
6 <b>Délai entre la vulcanisation et les essais</b> .....	5
7 <b>Conditions de vieillissement (durée et température)</b> .....	5
8 <b>Mode opératoire</b> .....	6
9 <b>Expression des résultats</b> .....	6
10 <b>Fidélité</b> .....	7
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	7
<b>Annexe A (informative) Détermination de la vitesse de l'air dans des étuves avec circulation d'air forcée</b> .....	8
<b>Annexe B (informative) Fidélité</b> .....	10
<b>Annexe C (informative) Lignes directrices relatives à l'exploitation des résultats de fidélité</b> .....	17

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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.

L'ISO 188 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 188:1998) dont elle constitue une révision technique. Elle incorpore également le Rectificatif technique ISO 188:1998/Cor.1:2003. Cette révision inclut la suppression de la méthode C (résistance au vieillissement sous pression d'oxygène), car il s'agit d'un essai dangereux et n'ayant aucun rapport avec le vieillissement naturel. De plus, les données de fidélité d'un second essai interlaboratoires ont été incluses et certaines données du premier essai interlaboratoires ont été corrigées (affectant, en particulier, certaines valeurs de moyennes absolues et de fidélités relatives).

## Introduction

Les essais de vieillissement accéléré et de résistance à la chaleur sont destinés à évaluer la résistance relative des caoutchoucs à la détérioration dans le temps. Dans cette intention, le caoutchouc est soumis à des conditions d'altération contrôlées pendant des périodes définies, après quoi, les caractéristiques appropriées sont mesurées et comparées à celles du caoutchouc non vieilli.

Dans le vieillissement accéléré, le caoutchouc est soumis à un milieu d'essai censé reproduire l'effet du vieillissement naturel dans un délai plus court.

Dans le cas d'essais de résistance à la chaleur, le caoutchouc est soumis pendant de longues périodes à la même température que celle qu'il rencontrera en service.

La présente Norme internationale décrit deux méthodes, à savoir la méthode en étuve à air utilisant une circulation lente d'air et la méthode en étuve à air utilisant une circulation d'air forcée pour une vitesse d'air élevée.

Le choix de la durée, de la température et de l'atmosphère auxquelles sont exposées les éprouvettes et du type d'étuve à utiliser dépendra de l'objectif de l'essai et du type de polymère.

Dans les méthodes en étuve à air, l'altération est accélérée par l'élévation de la température. Le degré d'accélération ainsi produit varie d'un caoutchouc à l'autre et d'une propriété à l'autre.

La détérioration peut également être accélérée par la vitesse de l'air. Par conséquent, la détermination du vieillissement à l'aide d'étuves différentes peut fournir des résultats différents.

Les conséquences de ces effets sont:

- a) Le vieillissement accéléré ne reproduit pas fidèlement dans toutes les circonstances les altérations que donne le vieillissement naturel.
- b) Parfois, le vieillissement accéléré n'indique pas exactement la durée de vie naturelle ou en service des différents caoutchoucs; ainsi, un vieillissement à des températures nettement supérieures à la température ambiante ou de service peut tendre à uniformiser la durée de vie apparente de caoutchoucs qui se détériorent à des allures différentes en stockage et en service. Le vieillissement à une ou à plusieurs températures intermédiaires est utile pour évaluer la fiabilité du vieillissement accéléré à des températures élevées.
- c) Les essais de vieillissement accélérés impliquant différentes propriétés peuvent ne pas être satisfaisants pour l'évaluation des durées de vie relatives des différents caoutchoucs et peuvent même classer différents caoutchoucs dans un ordre de mérite différent. Par conséquent, il convient de mesurer l'altération par les variations de la propriété ou des propriétés qui sont d'importance pratique, à condition de pouvoir les mesurer de manière raisonnablement précise.

Il convient de ne pas utiliser les essais de vieillissement en étuve à air pour simuler le vieillissement naturel qui se produit en présence soit de lumière, soit d'ozone, lorsque les caoutchoucs sont soumis à la contrainte.

Pour estimer la durée de vie et la température maximale d'utilisation, les essais peuvent être effectués à plusieurs températures et les résultats peuvent être évalués à l'aide d'un diagramme d'Arrhenius ou de l'équation Williams, Landel et Ferry (WLF) de la manière décrite dans l'ISO 11346, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Estimation de la durée de vie et de la température maximale d'utilisation*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 188:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007>

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de 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.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des essais de vieillissement accéléré ou de résistance à la chaleur sur les caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques. Deux méthodes sont données:

**Méthode A:** méthode en étuve à air utilisant une étuve compartimentée ou une étuve normale avec une circulation lente d'air et une ventilation de 3 à 10 renouvellements d'air par heure;

**Méthode B:** méthode en étuve à air utilisant une étuve normale avec circulation d'air forcée produite au moyen d'un ventilateur et une ventilation de 3 à 10 renouvellements d'air par heure.

## 2 Références normatives

[ISO 188:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007)

[905eb383d92d/iso-188-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9474d7b3-9ec7-4496-8482-905eb383d92d/iso-188-2007)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 37, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction*

ISO 48, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination de la dureté (dureté comprise entre 10 DIDC et 100 DIDC)*

ISO/TR 9272, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité des méthodes d'essai normalisées*

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

## 3 Principe

### 3.1 Généralités

Les éprouvettes sont soumises à une altération contrôlée sous air à une température élevée et à la pression atmosphérique, les propriétés spécifiées étant ensuite mesurées et comparées à celles d'éprouvettes non vieilles.

Il convient d'utiliser les propriétés physiques qui intéressent l'application de service pour déterminer le degré de détérioration, mais, en l'absence d'indication sur ces propriétés, il est recommandé de mesurer la résistance à la traction, la contrainte correspondant à un allongement intermédiaire, l'allongement à la rupture (conformément à l'ISO 37) et la dureté (conformément à l'ISO 48).

### 3.2 Vieillessement accéléré par échauffement dans l'air

Dans cette méthode, les éprouvettes sont soumises à une température plus élevée que celle que rencontrerait le caoutchouc en service, afin de reproduire les effets du vieillissement naturel dans un délai plus court.

### 3.3 Essai de résistance à la chaleur

Dans cette méthode, les éprouvettes sont soumises à la même température que celle qu'elles rencontreraient en service.

## 4 Appareillage

### 4.1 Étuve à air

#### 4.1.1 Généralités

L'étuve doit être d'une capacité telle que le volume total des éprouvettes ne dépasse pas 10 % du volume libre de l'étuve. Celle-ci doit comporter des dispositifs adéquats permettant de suspendre les éprouvettes à au moins 10 mm les unes des autres et, dans le cas d'une étuve normale et d'étuves à circulation d'air forcée, à au moins 50 mm des parois de l'étuve.

La température de l'étuve doit être réglée de façon que la température des éprouvettes soit maintenue dans les limites des tolérances définies pour la température de vieillissement spécifiée (voir Article 7) et pour toute la période de vieillissement. Un capteur de température doit être placé à l'intérieur de la chambre de l'étuve près des éprouvettes pour enregistrer la température de vieillissement réelle.

Ni cuivre ou alliages de cuivre ne doivent être utilisés pour la construction de la chambre de l'étuve.

Des dispositions doivent être prises pour une circulation d'air lente dans l'étuve avec un minimum de trois et un maximum de dix renouvellements d'air par heure.

Des précautions doivent être prises afin de s'assurer que l'air entrant soit chauffé à  $\pm 1$  °C de la température de l'étuve avant d'entrer en contact avec les éprouvettes.

La ventilation (ou le taux de renouvellement d'air) peut être déterminée en mesurant le volume de la chambre de l'étuve et le débit d'air traversant la chambre.

**NOTE** Afin d'obtenir un bon niveau d'exactitude lors de la réalisation d'essais de vieillissement et de résistance à la chaleur, il est très important de maintenir la température uniforme et stable tout au long de l'essai et de vérifier que l'étuve utilisée satisfait aux limites de température dans le temps et dans l'espace. L'accroissement de la vitesse de l'air dans l'étuve améliore l'homogénéité de la température. Toutefois, la circulation d'air dans l'étuve et la ventilation influent sur les résultats obtenus pour le vieillissement. Une faible vitesse de l'air peut donner lieu à une accumulation de produits de dégradation et de substances déposées par évaporation, ainsi qu'à une désoxygénation. Une vitesse de l'air élevée augmente la vitesse de détérioration, due à une oxydation accentuée et à l'évaporation des plastifiants et des antioxydants.

#### 4.1.2 Étuve compartimentée

L'étuve doit être constituée d'un ou de plusieurs compartiments cylindriques verticaux ayant une hauteur minimale de 300 mm. Les compartiments doivent être entourés d'un milieu avec un bon transfert de chaleur commandé par thermostat (bloc d'aluminium, bain liquide ou vapeur saturée). L'air passant dans un compartiment ne doit pas entrer dans les autres compartiments.

Des dispositions doivent être prises pour une circulation d'air lente dans les compartiments. La vitesse de l'air doit dépendre uniquement du taux de renouvellement de l'air.

#### 4.1.3 Étuve normale

Elle doit être constituée d'une seule chambre sans cloisons. Une circulation lente d'air dans les compartiments doit être prévue. La vitesse de l'air doit dépendre uniquement du taux de renouvellement de l'air et aucun ventilateur n'est autorisé à l'intérieur de la chambre de l'étuve.

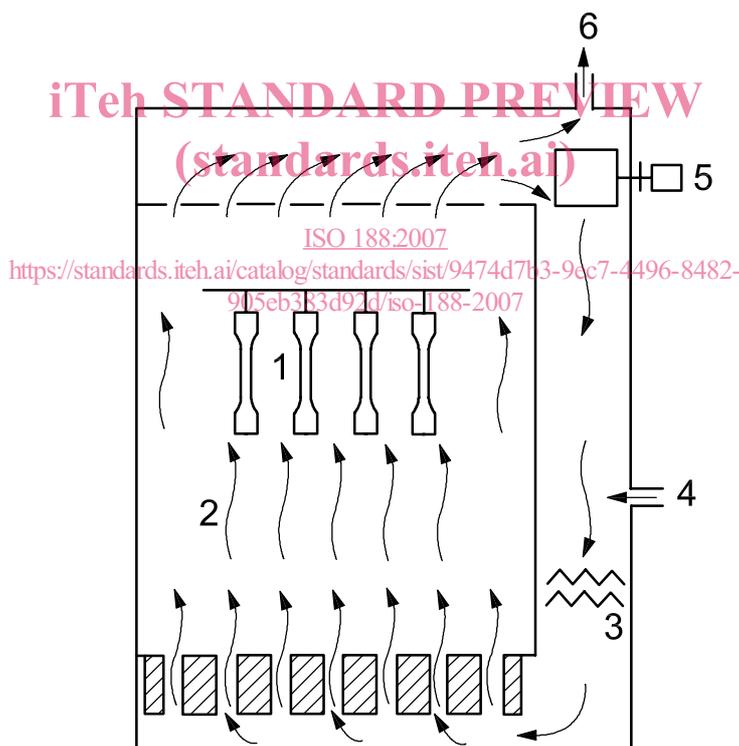
#### 4.1.4 Étuve avec circulation d'air forcée

L'un ou l'autre des deux types suivants doit être utilisé:

##### a) Étuve de type 1 avec flux d'air laminaire (voir Figure 1)

Le débit d'air traversant la chambre de l'étuve doit être aussi uniforme et laminaire que possible. Les éprouvettes doivent être placées de telle sorte que la surface la plus petite soit orientée perpendiculairement à la direction du débit d'air afin d'éviter de perturber celui-ci. La vitesse de l'air doit être entre 0,5 m/s et 1,5 m/s.

La vitesse de l'air à proximité des éprouvettes peut être mesurée à l'aide d'un anémomètre.



#### Légende

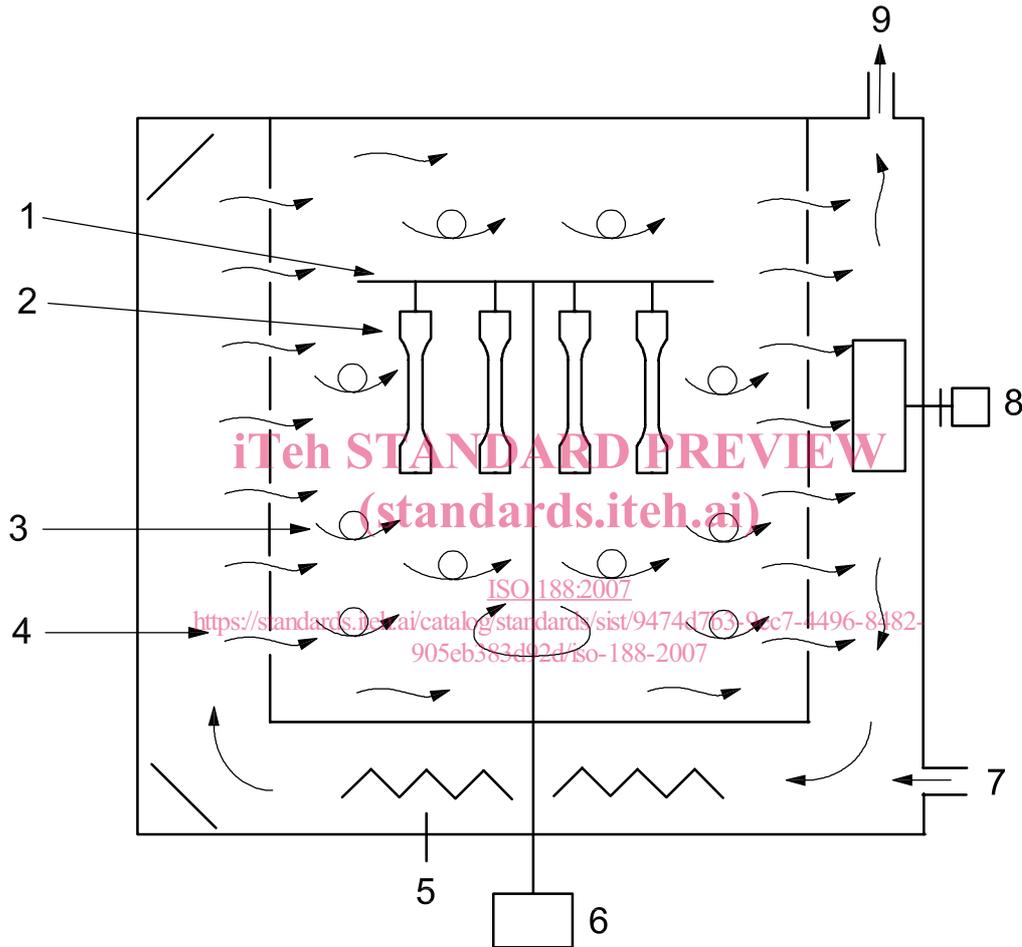
- 1 éprouvettes
- 2 flux d'air laminaire
- 3 élément chauffant
- 4 entrée d'air
- 5 soufflerie
- 6 sortie d'air

Figure 1 — Étuve de type 1 avec flux d'air laminaire

b) Étuve de type 2 avec flux d'air turbulent (voir Figure 2)

L'air entrant dans la chambre de l'étuve par l'intermédiaire d'une entrée d'air située au niveau d'une paroi latérale est turbulent autour des éprouvettes, celles-ci étant suspendues sur un support qui tourne à une vitesse de cinq à dix tours par minute, de telle sorte qu'elles soient exposées à l'air chaud de façon aussi uniforme que possible. La vitesse moyenne de l'air doit être de  $0,5 \text{ m/s} \pm 0,25 \text{ m/s}$ .

La vitesse moyenne de l'air à proximité des éprouvettes peut être calculée à partir de mesures faites en neuf emplacements différents au moyen d'un anémomètre (voir Figure A.1 dans l'Annexe A). L'Annexe A décrit une méthode de mesurage appropriée.



**Légende**

- 1 porte-éprouvettes
- 2 éprouvettes
- 3 flux d'air turbulent
- 4 flux d'air laminaire (entrée, sortie et à proximité de la paroi)
- 5 élément chauffant
- 6 moteur
- 7 entrée d'air
- 8 soufflerie
- 9 sortie d'air

**Figure 2 — Étuve de type 2 avec flux d'air turbulent**

## 5 Éprouvettes

Il est recommandé que l'essai de vieillissement accéléré ou de résistance à la chaleur soit effectué sur des éprouvettes préparées et conditionnées comme spécifié pour les essais de propriétés appropriés, et non sur des articles entiers ou sur des échantillons en forme de feuilles et que la forme des éprouvettes soit de nature à exclure tout traitement mécanique, chimique ou thermique après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, ayant approximativement la même surface d'exposition au vieillissement, doivent être comparées. Le nombre d'éprouvettes doit être conforme aux spécifications de la Norme internationale relative aux essais appropriés. Les éprouvettes doivent être mesurées avant le passage en étuve, mais, dans la mesure du possible, le marquage doit être effectué après l'échauffement, car certaines encres de marquage peuvent affecter le vieillissement du caoutchouc.

Des précautions doivent être prises pour s'assurer que les marquages utilisés pour identifier les éprouvettes ne soient pas appliqués dans une zone critique de l'éprouvette et qu'ils ne soient pas de nature ni à détériorer le caoutchouc ni à être détruits pendant le traitement en étuve.

Afin d'éviter la migration de soufre, d'antioxydants, de peroxydes ou de plastifiants, l'échauffement simultané de différents types de mélanges dans la même étuve est à éviter. À cet effet, il est fortement recommandé d'utiliser des compartiments individuels. Toutefois, à titre d'indication, pour les cas où il n'est pas possible de fournir du matériel muni de compartiments individuels, il est recommandé que seuls les types de matériaux suivants soient chauffés ensemble:

- a) les polymères du même type général;
- b) les produits de vulcanisation contenant le même type d'accélérateur et ayant à peu près le même rapport soufre/accélérateur;
- c) les caoutchoucs contenant le même type d'antioxydant;
- d) les caoutchoucs contenant le même type et la même quantité de plastifiant.

## 6 Délai entre la vulcanisation et les essais

Sauf spécification contraire pour des raisons techniques, les exigences suivantes doivent être observées.

Pour tous les besoins normaux d'essai, le délai minimal entre la vulcanisation et les essais doit être de 16 h. En cas d'arbitrage, le délai minimal doit être de 72 h.

Pour les essais effectués sur des éprouvettes ne provenant pas de produits manufacturés, le délai maximal entre la vulcanisation et les essais doit être de quatre semaines, et pour les mesures destinées à être comparées, les essais doivent, dans toute la mesure du possible, être réalisés après un même délai.

Pour les essais effectués sur des produits manufacturés, le délai entre la vulcanisation et les essais ne doit pas être, dans la mesure du possible, supérieur à trois mois. Dans les autres cas, les essais doivent être effectués dans un délai de deux mois à dater de la date de réception du produit par l'acheteur.

## 7 Conditions de vieillissement (durée et température)

### 7.1 Généralités

La durée nécessaire pour obtenir un degré d'altération donné des éprouvettes dépend du type de caoutchouc soumis à essai.

Il convient que la durée de vieillissement utilisée soit telle que l'altération des éprouvettes n'est pas importante au point d'empêcher la détermination des valeurs finales des propriétés physiques.