

Sec 2<sup>e</sup> Ed 1077/

45

**ISO**

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO  
R 188

ESSAIS DE VIEILLISSEMENT ACCÉLÉRÉ OU EN SERVICE SIMULÉ  
DU CAOUTCHOUC VULCANISÉ NATUREL OU SYNTHÉTIQUE

— 1<sup>ère</sup> ÉDITION  
Février 1961

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 188, *Essais de vieillissement accéléré ou en service simulé du caoutchouc vulcanisé naturel ou synthétique*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 45, *Caoutchouc*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (B.S.I.).

Les travaux que le Comité Technique entreprit à ce sujet dès l'année 1948, prirent fin, en 1957, par l'adoption d'une proposition en tant que Projet de Recommandation ISO.

En date du 17 juillet 1957, le Projet de Recommandation ISO (N° 171) fut distribué à tous les Comités Membres de l'ISO et approuvé par les Comités Membres suivants:

Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Birmanie	Italie	Suisse
Canada	Japon	Tchécoslovaquie
Danemark	Nouvelle-Zélande	Union Sud-Africaine
Espagne	Pakistan	U.R.S.S.
Finlande	Pologne	U.S.A.
Grèce	Portugal	

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet: France.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en février 1961, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

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

[ISO/R 188:1961](#)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/03a537c9-c4df-4fb4-9bd4-b84fbf2b39ce/iso-r-188-1961>

## ESSAIS DE VIEILLISSEMENT ACCÉLÉRÉ OU EN SERVICE SIMULÉ DU CAOUTCHOUC VULCANISÉ NATUREL OU SYNTHÉTIQUE

### 1. INTRODUCTION

Les essais de vieillissement accéléré ont pour objet d'estimer la résistance relative des vulcanisats de caoutchouc à la détérioration au cours du temps. A cet effet, on soumet le caoutchouc à des influences de détérioration contrôlées, pendant des périodes déterminées, après lesquelles on mesure ses caractéristiques dont on fait la comparaison avec les caractéristiques correspondantes du caoutchouc non traité.

Le but de l'essai peut être d'évaluer la détérioration du caoutchouc

- a) soit pendant des périodes prolongées à une température normale,
- b) soit pendant un service à température élevée ou à l'oxygène sous-pression.

Trois essais de vieillissement sont donnés dans les chapitres suivants:

- Méthode à l'étuve compartimentée . . . . . chapitre 2, page 6,
- Méthode à l'étuve . . . . . chapitre 3, page 7,
- Méthode à l'oxygène sous pression . . . . . chapitre 4, page 9.

Le choix de la durée et de la température de l'essai dépend du but envisagé et du type de polymère. Ce choix détermine s'il faut effectuer un essai de vieillissement accéléré ou un essai simulé (chaleur) en service.

Le nombre des éprouvettes employées pour chaque période de vieillissement et la méthode d'expression des résultats obtenus sont à prendre dans la norme spéciale relative à la propriété étudiée dans l'essai.

Dans deux des formes d'essai de vieillissement indiquées ci-dessus, la détérioration est accélérée en élevant la température et, dans la troisième forme, en faisant croître la concentration d'oxygène. Le degré d'accélération ainsi produit varie d'un vulcanisat à l'autre et d'une qualité à l'autre. Il s'ensuit que:

- a) les essais accélérés ne reproduisent pas fidèlement les changements produits par le vieillissement naturel;
- b) ils n'indiquent pas exactement la durée de vie relative naturelle ou en service des différents caoutchoucs; ainsi l'élévation de la température peut avoir tendance à égaliser la durée de vie apparente de caoutchoucs qui auraient été détériorés à des vitesses différentes dans les conditions de vieillissement naturel;
- c) les différents essais accélérés ne concordent pas pour l'évaluation de la durée de vie relative des différents caoutchoucs, et peuvent même classer ceux-ci dans des ordres de mérite différents;
- d) le vieillissement doit être mesuré par les changements intervenus dans la ou les caractéristiques ayant une importance pratique, sous réserve qu'on puisse les mesurer avec précision, étant donné que l'indice général du degré de détérioration ne peut être défini par une seule caractéristique.

Il est à remarquer que l'on ne doit pas employer les essais de vieillissement à l'étuve ou à la bombe pour reproduire le vieillissement naturel qui se produit en présence de lumière ou d'ozone pour les caoutchoucs sous tension.

## 2. MÉTHODE A L'ÉTUVE COMPARTIMENTÉE

**2.1 Sommaire et note explicative.** Cet essai de vieillissement du caoutchouc consiste à soumettre des éprouvettes à une détérioration contrôlée sous l'action de l'air à une température élevée et à la pression atmosphérique, après quoi on mesure les caractéristiques physiques qui sont comparées aux caractéristiques des éprouvettes non vieilles. Pour évaluer la détérioration, on détermine les caractéristiques intéressant l'application en service, mais en l'absence d'indication de ces données, on recommande de déterminer la résistance à la rupture, le module, l'allongement à la rupture et la dureté. Dans cet essai, la concentration d'oxygène est faible et, si l'oxydation est rapide, il se peut que l'oxygène ne diffuse pas assez vite dans le caoutchouc pour maintenir une oxydation uniforme. C'est pourquoi l'essai risque de donner des indications erronées avec les caoutchoucs à mauvais vieillissement, à moins qu'il ne s'agisse d'éprouvettes très minces.

**2.2 Eprouvettes.** On recommande de faire le vieillissement sur les éprouvettes préparées et conditionnées suivant les indications des méthodes d'essais appropriées et non sur les produits finis ou les feuilles-échantillons, et leur forme doit être telle qu'aucun traitement mécanique, chimique ou thermique ne soit nécessaire après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, dont les surfaces d'exposition sont sensiblement les mêmes, peuvent être comparées entre elles. Les mesures doivent être faites sur les éprouvettes avant vieillissement et le marquage se fait après vieillissement.

On doit prendre soin que le matériau utilisé pour identifier les éprouvettes ne soit pas appliqué sur une section réduite de l'éprouvette, ne blesse pas le caoutchouc et ne soit pas détruit pendant le vieillissement. Il faut veiller à ce que les éprouvettes présentent un état de surface bien lisse, sans taches ni autres défauts.

**2.3 Appareillage.** L'appareil comprendra un ou plusieurs compartiments cylindriques verticaux, d'une profondeur minimale de 30 cm. Les compartiments doivent être entourés d'une enceinte à transfert de chaleur effectif (bloc d'aluminium, bain liquide, vapeur saturée), contrôlée par thermostat.

L'appareil doit être conçu de façon que l'air chauffé puisse rentrer par le fond du compartiment pour être évacué par le haut sans être recyclé. L'air qui passe dans un compartiment ne doit pas entrer dans les autres. On doit prévoir une circulation lente de l'air à travers les compartiments avec pas moins de trois renouvellements par heure. La température de l'air entrant, mesurée à l'entrée du compartiment, doit être égale à la valeur spécifiée, à 1° C près.

La température des compartiments doit être constante et en tous points uniforme, elle ne doit pas s'écarter de plus de  $\pm 1,0$  °C de la température de vieillissement spécifiée. Il faut prévoir les moyens appropriés pour le contrôle et la mesure de la température.

**2.4 Mode opératoire.** Lorsque l'essai ne doit pas être effectué aussitôt après la vulcanisation, on conserve toutes les éprouvettes dans l'obscurité pendant une période n'excédant pas 14 jours avant le commencement de l'essai de vieillissement. La température maximale de stockage avant l'essai de vieillissement accéléré ne doit pas dépasser 30 °C.

Les essais sur les éprouvettes non vieilles doivent être effectués dans les 14 jours qui suivent le commencement de la période de vieillissement, ce qui permettra d'essayer en même temps les éprouvettes non vieilles et les éprouvettes qui ont subi un vieillissement d'au plus 14 jours.

On place les éprouvettes dans l'étuve préalablement chauffée à la température de l'essai. Les éprouvettes sont immobiles, sans tension, exposées librement à l'air sur toutes leurs faces et non exposées à la lumière. Les éprouvettes ne doivent pas occuper plus de 10% en volume de l'espace de chaque compartiment.

Lorsque la période de vieillissement est terminée, les éprouvettes sont retirées de l'étuve et conditionnées conformément aux indications données dans la méthode d'essai appropriée correspondant à la caractéristique particulière étudiée.

- 2.5 Durée de l'essai.** La durée nécessaire pour obtenir un degré donné de détérioration des éprouvettes dépend du type de caoutchouc essayé. On recommande que la durée du vieillissement soit de 3, 7, 10 jours ou un multiple de 7 jours.

Etant donné qu'une durée de 7 jours est trop courte pour produire une détérioration marquée dans la plupart des caoutchoucs de bonne qualité, il est préférable de choisir une durée plus longue. Cependant, les périodes de vieillissement doivent être telles que la détérioration des éprouvettes ne soit pas trop intense, ce qui gênerait la détermination des caractéristiques physiques finales.

- 2.6 Température de l'étuve.** L'étuve sera maintenue à l'une des températures suivantes :

70 ± 1 °C	175 ± 2 °C
100 ± 1 °C	200 ± 2 °C
125 ± 1 °C	250 ± 2 °C
150 ± 2 °C	

La spécification du produit doit indiquer la température à laquelle l'étuve doit être maintenue.

- 2.7 Expression des résultats.** Le nombre d'éprouvettes et la méthode d'expression des résultats doivent être conformes aux recommandations déjà faites pour l'essai en question.

Les caractéristiques des éprouvettes vieilles pendant différentes périodes sont déterminées à la fin de chaque intervalle au cours du vieillissement.

On note les résultats d'essai des éprouvettes non vieilles (*O*) et vieilles (*A*), ainsi que le coefficient de détérioration, calculé d'après la formule suivante :

$$\frac{O - A}{O} \times 100$$

Les caractéristiques déterminées doivent être indiquées.

### 3. MÉTHODE A L'ÉTUVE

- 3.1 Sommaire et note explicative.** Cet essai de vieillissement du caoutchouc consiste à soumettre des éprouvettes à une détérioration contrôlée sous l'action de l'air à une température élevée et à la pression atmosphérique, après quoi on mesure les caractéristiques physiques qui sont comparées aux caractéristiques des éprouvettes non vieilles. Pour évaluer la détérioration, on détermine les caractéristiques intéressant l'application en service, mais en l'absence d'indication de ces données, on recommande de déterminer la résistance à la rupture, le module, l'allongement à la rupture et la dureté. Dans cet essai, la concentration d'oxygène est faible et, si l'oxydation est rapide, il se peut que l'oxygène ne diffuse pas assez vite dans le caoutchouc pour maintenir une oxydation uniforme. C'est pourquoi l'essai risque de donner des indications erronées avec les caoutchoucs à mauvais vieillissement, à moins qu'il ne s'agisse d'éprouvettes très minces.

**3.2 Epreuves.** On recommande de faire le vieillissement sur les éprouvettes préparées et conditionnées suivant les indications des méthodes d'essais appropriées et non sur les produits finis ou sur les feuilles-échantillons, et leur forme doit être telle qu'aucun traitement mécanique, chimique ou thermique ne soit nécessaire après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, dont les surfaces d'exposition sont sensiblement les mêmes, peuvent être comparées entre elles. Les mesures doivent être faites sur les éprouvettes avant vieillissement et le marquage se fait après vieillissement.

On doit prendre soin que le matériau utilisé pour identifier les éprouvettes ne soit pas appliqué sur une section réduite de l'éprouvette, ne blesse pas le caoutchouc et ne soit pas détruit pendant le vieillissement. Il faut veiller à ce que les éprouvettes présentent un état de surface bien lisse, sans taches ni autres défauts.

**3.3 Appareillage.** L'étuve à air est de dimensions telles que le volume global des éprouvettes n'excède pas 10% de l'espace libre de l'étuve. On doit prévoir la suspension des éprouvettes de façon que celles-ci soient distantes d'au moins 10 mm les unes des autres, ainsi que des parois de l'étuve.

On doit prévoir une circulation lente de l'air à travers l'étuve avec pas moins de trois renouvellements par heure. Il faut prendre soin que l'air rentrant soit chauffé à la température de l'étuve avant d'entrer en contact avec les éprouvettes.

La température de l'étuve est réglée par thermostat de façon que les éprouvettes soient maintenues à  $\pm 1$  °C de la température de vieillissement spécifiée. Un thermomètre placé près du centre des éprouvettes doit indiquer les températures de vieillissement effectives.

**3.4 Mode opératoire.** Lorsque l'essai ne doit pas être effectué aussitôt après la vulcanisation, on conserve toutes les éprouvettes dans l'obscurité pendant une période n'excédant pas 14 jours avant le commencement de l'essai de vieillissement. La température maximale de stockage avant l'essai de vieillissement accéléré, ne doit pas dépasser 30 °C.

Les essais sur les éprouvettes non vieilles doivent être effectués dans les 14 jours qui suivent le commencement de la période de vieillissement, ce qui permettra d'essayer en même temps les éprouvettes non vieilles et les éprouvettes qui ont subi un vieillissement d'au plus 14 jours.

On place les éprouvettes dans l'étuve préalablement chauffée à la température de l'essai. Les éprouvettes sont immobiles, sans tension, exposées librement à l'air sur toutes leurs faces et non exposées à la lumière.

Lorsque la période de vieillissement est terminée, les éprouvettes sont retirées de l'étuve et conditionnées conformément aux indications données dans la méthode d'essai appropriée correspondant à la caractéristique particulière étudiée.

Il faut 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 on recommande très fortement l'emploi de compartiments individuels. Cependant, pour les cas où il n'est pas possible d'adopter l'emploi de compartiments individuels, on ne recommande le vieillissement simultané que dans l'un des cas suivants:

- a) des polymères d'un même type général,
- b) des vulcanisats contenant le même type d'accélérateur et approximativement la même proportion de soufre par rapport à l'accélérateur,
- c) des vulcanisats contenant le même type d'antioxydant,
- d) des vulcanisats contenant le même type et la même quantité de plastifiant.



**3.5 Durée de l'essai.** La durée nécessaire pour obtenir un degré donné de détérioration des éprouvettes dépend du type de caoutchouc essayé. On recommande que la durée du vieillissement soit de 3, 7, 10 jours ou un multiple de 7 jours.

Etant donné qu'une durée de 7 jours est trop courte pour produire une détérioration marquée dans la plupart des caoutchoucs de bonne qualité, il est préférable de choisir une durée plus longue. Cependant, les périodes de vieillissement doivent être telles que la détérioration des éprouvettes ne soit pas trop intense, ce qui gênerait la détermination des caractéristiques physiques finales.

**3.6 Température de l'étuve.** L'étuve sera maintenue à l'une des températures suivantes :

$70 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$	$175 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$
$100 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$	$200 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$
$125 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$	$250 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$
$150 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$	

La spécification du produit doit indiquer la température à laquelle l'étuve doit être maintenue.

**3.7 Expression des résultats.** Le nombre d'éprouvettes et la méthode d'expression des résultats doivent être conformes aux recommandations déjà faites pour l'essai en question.

Les caractéristiques des éprouvettes vieilles pendant différentes périodes sont déterminées à la fin de chaque intervalle au cours du vieillissement.

On note les résultats d'essai des éprouvettes non vieilles (*O*) et vieilles (*A*), ainsi que le coefficient de détérioration, calculé d'après la formule suivante :

$$\frac{O - A}{O} \times 100$$

Les caractéristiques déterminées doivent être indiquées.

#### 4. MÉTHODE A L'OXYGÈNE SOUS PRESSION

**4.1 Sommaire et note explicative.** Cet essai de vieillissement du caoutchouc consiste à exposer des éprouvettes à une température élevée et à une pression élevée d'oxygène, après quoi on détermine les caractéristiques physiques qui sont comparées à celles des éprouvettes non vieilles. Pour évaluer le degré de détérioration, on détermine les caractéristiques physiques intéressant l'application en service, mais en l'absence d'indication de ces données, on recommande de déterminer la résistance à la rupture, le module, l'allongement à la rupture et la dureté.

Dans l'essai à oxygène sous pression, la concentration plus élevée de l'oxygène favorise une diffusion rapide et contribue ainsi à favoriser l'oxydation uniforme. D'un autre côté, en provoquant l'oxydation artificielle, on peut exagérer les modifications dues à l'oxydation par rapport à celles de la postvulcanisation, de sorte que l'effet total pourrait ne pas ressembler à celui du vieillissement naturel.

**4.2 Epreuves.** On recommande de faire le vieillissement sur les éprouvettes préparées et conditionnées suivant les indications des méthodes d'essais appropriées et non sur les produits finis ou les feuilles-échantillons, et leur forme doit être telle qu'aucun traitement mécanique, chimique ou thermique ne soit nécessaire après vieillissement.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables dont les surfaces d'exposition sont sensiblement les mêmes peuvent être comparées entre elles. Les mesures doivent être faites sur les éprouvettes avant vieillissement et le marquage se fait après vieillissement.

On doit prendre soin que le matériau utilisé pour identifier les éprouvettes ne soit pas appliqué sur une section réduite de l'éprouvette, ne blesse pas le caoutchouc et ne soit pas détruit pendant le vieillissement. Il faut veiller à ce que les éprouvettes présentent un état de surface bien lisse, sans taches ni autres défauts.

**4.3 Appareillage.** La chambre à oxygène constituée par un récipient en acier inoxydable ou en une autre matière appropriée, destinée à maintenir la pression d'oxygène, est équipée avec un dispositif permettant d'y placer les éprouvettes de caoutchouc et de les soumettre à une température uniforme contrôlée.

Les dimensions de la chambre ne sont pas imposées, mais elles doivent être telles que le volume global des éprouvettes n'excède pas 10% de l'espace libre de la chambre. La chambre de vieillissement ne doit contenir aucun élément de cuivre ou de laiton.

Le milieu chauffant qui enveloppe la chambre est réglé thermostatiquement et un thermomètre doit y être immergé.

La chambre sous pression est munie d'une soupape de sûreté, réglée à 35 kgf/cm<sup>2</sup> (500 lbf/in<sup>2</sup>) et un manomètre est monté sur l'appareil.

**4.4 Mode opératoire.** Lorsque l'essai ne doit pas être effectué aussitôt après la vulcanisation, on conserve toutes les éprouvettes dans l'obscurité pendant une période n'excédant pas 14 jours avant le commencement de l'essai de vieillissement. La température maximale de stockage avant l'essai de vieillissement accéléré ne doit pas dépasser 30 °C.

Les essais sur les éprouvettes non vieilles doivent être effectués dans les 14 jours qui suivent le commencement de la période de vieillissement, ce qui permettra d'essayer en même temps les éprouvettes non vieilles et les éprouvettes qui ont subi un vieillissement d'au plus 14 jours.

Les éprouvettes sont suspendues verticalement dans la chambre sous pression après que celle-ci ait été séchée et chauffée à la température de l'essai. Avant le commencement de l'essai, le récipient est purgé en relâchant la pression d'oxygène et en remplissant à nouveau le récipient. Les éprouvettes dans le récipient sont immobiles, sans tension et exposées librement à l'oxygène sur toutes leurs faces.

On introduit l'oxygène dans la chambre sous une pression de  $21 \pm 1$  kgf/cm<sup>2</sup> ( $300 \pm 15$  lbf/in<sup>2</sup>); l'exposition doit être continue pendant le temps spécifié, sans réduction de la pression ni ouverture de la chambre.