

ISO/TC 45/SC 2

Secrétariat: JISC

Début de vote:
2022-12-20

Vote clos le:
2023-02-14

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/925c3d11-1c07-42d3-99af-87ec9189346b/iso-188>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 188:2022(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 188

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/925c3d11-1c07-42d3-99af-87ec9189346b/iso-188>



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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
4.1 Généralités	1
4.2 Vieillessement accéléré par échauffement dans l'air	2
4.3 Essai de résistance à la chaleur	2
5 Appareillage	2
5.1 Étuve à air	2
5.2 Etuve compartimentée, méthode A	3
5.3 Etuve normale, méthode A	3
5.4 Étuve avec circulation d'air forcée, méthodes B, C et D	3
6 Étalonnage	6
7 Éprouvettes	6
8 Délai entre la vulcanisation et les essais	7
9 Conditions de vieillissement (durée et température)	7
9.1 Généralités	7
9.2 Essai de vieillissement accéléré	7
9.3 Essai de résistance à la chaleur	8
10 Mode opératoire	8
11 Expression des résultats	8
12 Fidélité	8
13 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Détermination de la vitesse de l'air à l'intérieur des étuves avec circulation d'air forcée	10
Annexe B (informative) Fidélité	12
Annexe C (informative) Lignes directrices relatives à l'exploitation des résultats de fidélité	19
Annexe D (normative) Programme d'étalonnage	20
Bibliographie	22

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 188:2011) qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout d'un type d'étuve à circulation d'air forcée et vitesse d'air/taux de renouvellement d'air élevés;
- modifications rédactionnelles pour une meilleure compréhension.

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

Les essais de vieillissement accéléré et de résistance à la chaleur sont utilisés pour déterminer les variations des caractéristiques définies du caoutchouc et des élastomères thermoplastiques dans une période spécifiée. Ces caractéristiques sont comparées avant et après les essais de vieillissement accéléré et de résistance à la chaleur.

Dans le vieillissement accéléré, le caoutchouc est exposé à une température élevée dans le but de simuler l'effet du vieillissement naturel dans un délai plus court. Le degré d'accélération dépend du matériau soumis à essai ainsi que de la caractéristique évaluée.

Dans le cas d'essais de résistance à la chaleur, le caoutchouc est exposé pendant de longues périodes à la température de service du matériau.

Deux types d'étuves sont spécifiés dans le présent document, l'étuve compartimentée et l'étuve normale. Les étuves normales peuvent être de quatre types comme d'écrit dans [l'Article 5](#).

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

La variation des caractéristiques ne dépend pas seulement de la température mais peut également dépendre de la vitesse de l'air. Par conséquent, les essais réalisés à la même température mais à des vitesses d'air différentes (étuves différentes) peuvent donner des résultats différents.

Les conséquences de ces effets sont

- a) le vieillissement accéléré est seulement une simulation du vieillissement naturel et peut par conséquent fournir des résultats différents.
- b) Si des matériaux différents sont comparés, il est recommandé d'effectuer les essais de vieillissement accéléré à plus d'une température élevée, car des caoutchoucs différents peuvent présenter un comportement en température différent (variation des caractéristiques) à certaines températures de service.
- c) Il est important de déterminer les caractéristiques du caoutchouc pour l'essai de vieillissement accéléré, qui sont utilisées pour l'application prévue du matériau. Il convient que seules ces caractéristiques soient utilisées pour l'évaluation des résultats d'essai. Si ces caractéristiques donnent un classement différent des matériaux soumis à essai, il est recommandé de convenir d'une caractéristique principale pour l'évaluation. Il est également recommandé que toutes les caractéristiques évaluées soient mesurées conformément à une norme internationale ou à un mode opératoire d'essai équivalent.

Il convient de ne pas utiliser les essais de vieillissement en étuve à air pour simuler le vieillissement naturel sous contrainte (éprouvettes en flexion ou en traction) et en présence de lumière ou d'ozone.

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 — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur

AVERTISSEMENT — 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.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des essais de vieillissement accéléré ou de résistance à la chaleur sur les caoutchoucs vulcanisés ou thermoplastiques/élastomères thermoplastiques. Quatre méthodes sont détaillées dans [l'Article 5](#).

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 18899, *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

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/>

4 Principe

4.1 Généralités

Les éprouvettes sont exposées à l'air à une température élevée donnée et à une pression atmosphérique dans des conditions de circulation d'air contrôlées.

Les propriétés physiques sont mesurées avant et après exposition et les résultats sont comparés.

Il convient d'utiliser les propriétés physiques qui sont importantes pour l'application prévue du matériau pour déterminer les effets de l'exposition. En l'absence d'indication sur ces propriétés, il est recommandé de mesurer la résistance à la rupture par traction, la contrainte à un allongement intermédiaire, l'allongement à la rupture (conformément à l'ISO 37), et la dureté (conformément à l'ISO 48-2).

4.2 Vieillissement accéléré par échauffement dans l'air

Les éprouvettes sont soumises à une température plus élevée que celle que le caoutchouc subirait dans son application prévue, afin de simuler les effets du vieillissement naturel dans un délai plus court.

4.3 Essai de résistance à la chaleur

Les éprouvettes sont soumises à la température à laquelle elles seraient soumises dans leur application prévue afin d'obtenir des informations sur leurs performances en service.

5 Appareillage

5.1 Étuve à air.

L'étuve doit être d'une capacité telle que le volume total des éprouvettes ne dépasse pas 10 % du volume libre de l'étuve. Des dispositifs doivent être prévus pour permettre 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 9](#)) 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 indiquer la température de vieillissement réelle.

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

Méthode A: utilisant une étuve compartimentée ou d'une étuve normale avec une faible vitesse d'air, un flux d'air laminaire passant par les éprouvettes fixes et un taux de renouvellement d'air compris entre 3 et 10 changements par heure.

Méthode B: utilisant une étuve normale avec une vitesse d'air élevée, un flux turbulent passant par les éprouvettes et un taux de renouvellement d'air compris entre 3 et 10 changements par heure.

Méthode C: utilisant une étuve normale avec une vitesse d'air élevée, un flux turbulent passant par les éprouvettes, un support d'éprouvettes rotatif et un taux de renouvellement d'air compris entre 3 et 10 changements par heure.

Pour les méthodes A, B et la méthode C, 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.

Méthode D: utilisant une étuve normale avec une vitesse d'air élevée, un flux turbulent passant par les éprouvettes fixes et un taux de renouvellement d'air supérieur à 30 changements par heure.

Pour la méthode D, un débit d'air entre 0,25 et 3,0 m/s est nécessaire ainsi qu'un taux de renouvellement d'air supérieurs à 30 changements par heure.

En fonction de l'influence de la vitesse d'air/du renouvellement d'air sur les résultats, il convient de toujours utiliser la même méthode pour obtenir des résultats comparables, afin de comparer le comportement au vieillissement de différents matériaux.

Il convient que l'air entrant soit chauffé à la température avec une tolérance de ± 1 °C avant d'atteindre 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 dans l'étuve tout au long de l'essai. Par conséquent, il est nécessaire de vérifier que l'étuve utilisée se situe dans les limites de température en tout point où se trouve une éprouvette et pendant toute la durée de l'essai. 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 d'ingrédients évaporés, ainsi qu'à une désoxygénation. Une vitesse de l'air élevée peut augmenter la vitesse de détérioration, due à une oxydation accentuée et à la migration des plastifiants et des antioxydants.

NOTE L'étuve de la méthode D peut être utilisée pour des essais à court terme, jusqu'à 168 h.

5.2 Etuve compartimentée, méthode A.

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.

5.3 Etuve normale, méthode A.

Il convient que l'étuve soit constituée d'une seule chambre sans cloisons de séparation. 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 d'essai.

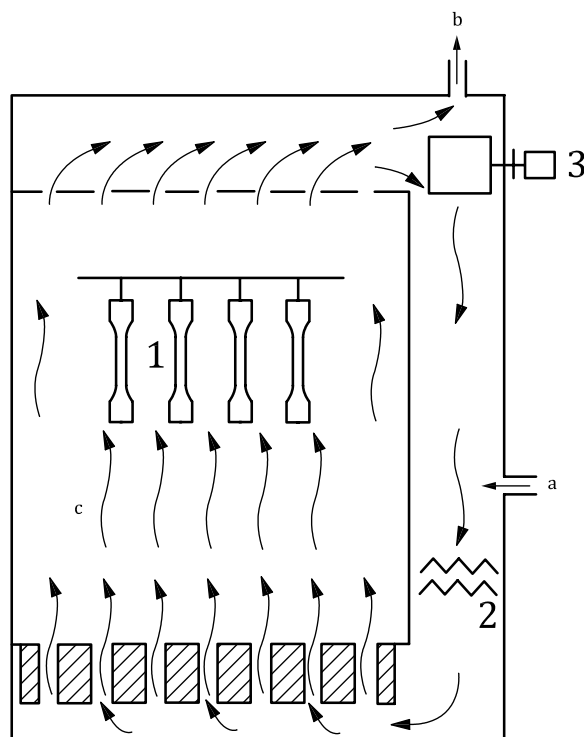
5.4 Etuve avec circulation d'air forcée, méthodes B, C et D.

L'un des trois types suivants doit être utilisé:

- a) Etuve de méthode B avec flux d'air laminaire avec circulation d'air forcée (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 vers la direction du débit d'air afin d'éviter de perturber celui-ci. La vitesse de l'air doit être comprise 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 échantillons
- 2 élément chauffant
- 3 soufflerie
- a Entrée d'air.
- b Sortie d'air.
- c Flux d'air laminaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 188

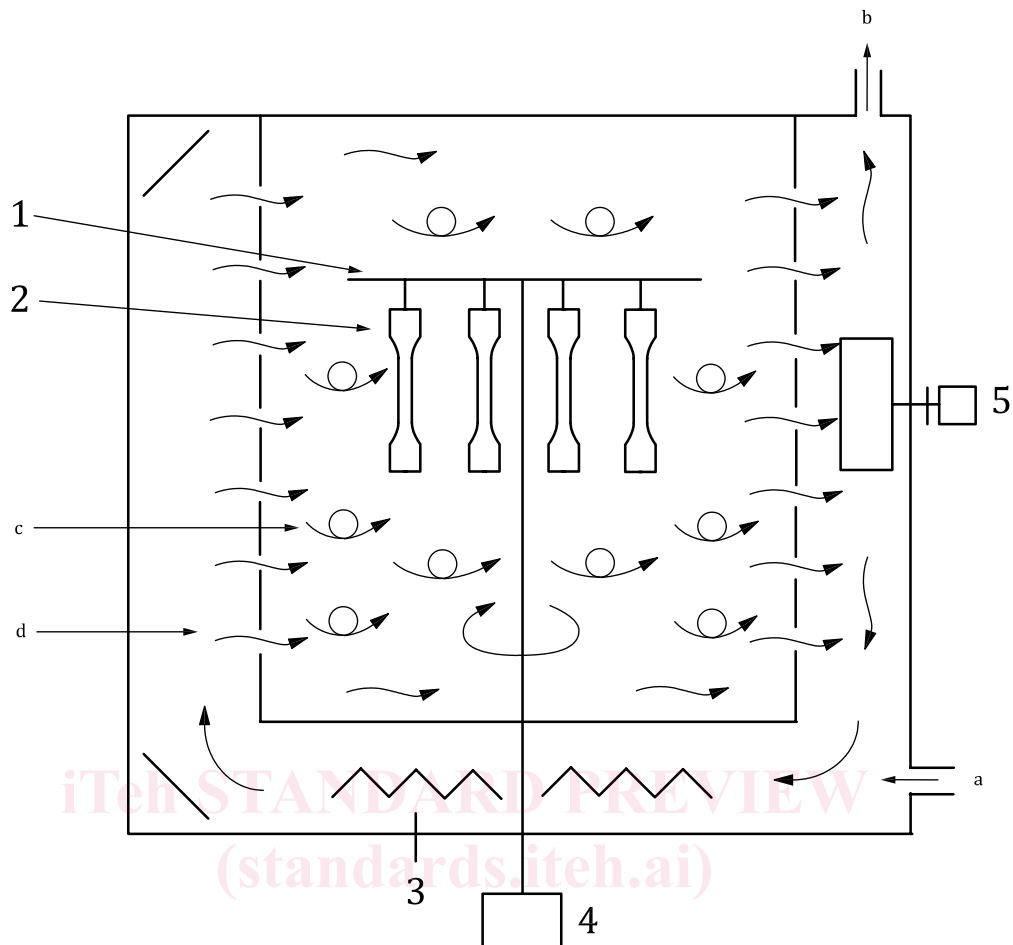
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/925c3d11-1c07-42d3-99af-87ec9189346b/iso-188>

Figure 1 — Exemple d'étuve normale de méthode B avec flux d'air laminaire

- b) Étuve de méthode C avec circulation d'air forcée, flux d'air turbulent et dispositif de rotation du support d'échantillons (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 échantillons, 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 $0,5 \text{ m/s} \pm 0,25 \text{ m/s}$.

La vitesse moyenne de l'air à proximité des échantillons peut être calculée à partir de mesures faites en neuf emplacements différents au moyen d'un anémomètre (voir [Figure A.1](#)). Une méthode de mesurage appropriée est décrite dans l'[Annexe A](#).



Légende

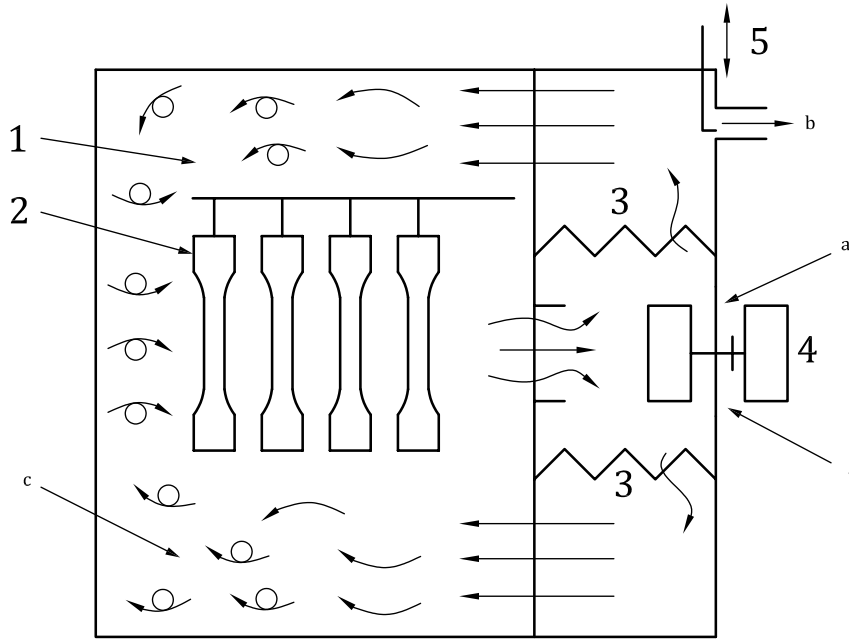
- 1 porte-éprouvettes
 2 éprouvettes
 3 élément chauffant
 4 moteur
 5 soufflerie
 a Entrée d'air.
 b Sortie d'air.
 c Flux d'air turbulent.
 d Flux d'air laminaire (entrée, sortie et à proximité de la paroi).

Figure 2 — Exemple d'étuve normale méthode C avec flux d'air turbulent et dispositif de rotation du support d'éprouvettes

- c) Etuve normale de méthode D avec flux d'air turbulent (voir [Figure 3](#)).

L'air entrant dans la chambre de l'étuve par l'intermédiaire d'une entrée d'air située au niveau de la paroi arrière est turbulent autour des éprouvettes, celles-ci étant suspendues à l'intérieur de l'étuve 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 comprise entre 0,25 m/s et 3,0 m/s.

La vitesse moyenne de l'air à proximité des éprouvettes peut être calculée à partir de mesures en neuf emplacements différents au moyen d'un anémomètre (voir [Figure A.1](#)). Une méthode de mesurage appropriée est décrite dans l'[Annexe A](#).



Légende

- 1 porte-éprouvettes
- 2 éprouvettes
- 3 élément chauffant
- 4 soufflerie
- 5 régulateur du taux de renouvellement d'air
- a Entrée d'air.
- b Sortie d'air.
- c Flux d'air turbulent.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 188

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/925c3d11-1c07-42d3-99af-87ec9189346b/iso-188>

Figure 3 — Exemple d'étuve normale de méthode D avec flux d'air turbulent

NOTE Les tolérances pour la méthode D sont plus grandes, ce qui la rend moins pertinente pour les expositions de plus de 168 heures.

6 Étalonnage

L'appareillage d'essai doit être étalonné conformément à l'[Annexe D](#).

7 Éprouvettes

Sélectionner et préparer les éprouvettes nécessaires aux essais à réaliser, conformément aux exigences de l'ISO 23529.

Seules des éprouvettes de dimensions semblables, ayant approximativement la même surface exposée au vieillissement, doivent être comparées. Le nombre d'éprouvettes doit être conforme à la Norme internationale relative aux essais de la propriété appropriée.

Les éprouvettes doivent pouvoir être identifiées après l'essai, par exemple par marquage. N'importe quelle méthode capable de résister à l'exposition et n'affectant pas les propriétés de l'éprouvettes ou ne modifiant pas le flux d'air peut être utilisée.

NOTE Des étiquettes en papier résistant à la chaleur attachées avec une ficelle résistante à la chaleur sont satisfaisantes. Certaines encres de marquage peuvent affecter le vieillissement du caoutchouc ou s'effacer pendant l'exposition.