NORME INTERNATIONALE

ISO 11346

Troisième édition
2014-12-01

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Estimation de la durée de vie et de la température maximale d'utilisation

Rubber, vulcanized or thermoplastic — Estimation of life-time and maximum temperature of use

Numéro de référence
ISO 11346:2014(F)

© ISO 2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
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 **2**
5 Sélection des essais et de l'étuve de vieillissement **2**
6 Sélection de la valeur limite **2**
7 Éprouvettes **2**
8 Températures **3**
9 Temps d'exposition **3**
10 Mode opératoire **4**
11 Expression des résultats **4**
11.1 Méthode d'Arrhenius 4
11.2 Méthode de WLF 6
11.3 Limitations 9
12 Rapport d'essai **9**
Bibliographie **11**

© ISO 2014 – Tous droits réservés

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 11346:2004), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Introduction

Lorsque la température s'élève, la vitesse d'une réaction chimique augmente en règle générale. En exposant des éprouvettes à une série de températures élevées, il est possible de déduire la relation qui existe entre la vitesse de réaction des mécanismes de dégradation et la température. Il est ensuite possible de procéder à des estimations par extrapolation du degré de dégradation, après un temps donné à une température donnée ou le temps à une température donnée pour atteindre un degré de dégradation donné.

La relation vitesse de réaction/température peut souvent être représentée par l'équation d'Arrhenius. La vitesse de réaction à une température donnée est obtenue par la variation de la valeur d'une propriété choisie en fonction du temps d'exposition à la température donnée. La vitesse de réaction peut être représentée par le temps en fonction d'un degré particulier de dégradation (valeur limite) ce qui peut constituer la seule mesure à utiliser lorsque la relation propriété/température est complexe.

La méthode d'Arrhenius ne s'applique qu'aux réactions chimiques de dégradation et peut donner lieu à des résultats erronés pour des essais où les évolutions physiques (viscoélastiques) du matériau ne peuvent être séparées facilement des changements chimiques.

Une variante applicable aux caoutchoucs consiste à utiliser l'équation de Williams Landel Ferry (WLF). Cette équation réalise une normalisation de la relation temps/température sans aucune hypothèse relative à la forme de la relation propriété/temps à n'importe quelle température. Par conséquent, elle peut en principe être appliquée à toute propriété physique, y compris la déformation rémanente et la relaxation, ou lorsque la relation propriété/temps est complexe. Des explications plus détaillées sur l'utilisation de l'équation de WLF sont données dans la littérature.[1]

Pour l'élaboration de la présente Norme internationale, il a été tenu compte du contenu de l'ISO 2578[2] et de l'IEC 60216.[3]

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Estimation de la durée de vie et de la température maximale d'utilisation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les principes et les méthodes pour l'estimation de l'endurance thermique des caoutchoucs d'après les résultats d'une exposition à des températures élevées pendant de longues périodes.

Deux méthodes sont spécifiées (voir l'introduction):

— l'une utilisant la relation d'Arrhenius;

— l'autre utilisant l'équation de WLF.

La présente Norme internationale ne fonde l'estimation de l'endurance thermique que sur le changement des propriétés choisies résultant de durées d'exposition à des températures élevées. Pour le vieillissement thermique, les diverses propriétés des caoutchoucs varient à des vitesses différentes et par conséquent les caoutchoucs ne peuvent être comparés qu'en utilisant les mêmes propriétés.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 188, *Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Essais de résistance au vieillissement accéléré et à la chaleur*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
durée de vie
temps au bout duquel la propriété soumise à essai du matériau évalué atteint la valeur limite spécifiée, à la température d'utilisation

3.2
température maximale d'utilisation
température à laquelle la propriété soumise à essai du matériau évalué atteint la valeur limite spécifiée après le temps spécifié

3.3
valeur limite
degré particulier de dégradation considéré comme la valeur maximale acceptable pour la propriété soumise à essai

Note 1 à l'article: Le temps nécessaire pour atteindre la valeur limite peut être utilisé pour représenter la vitesse de réaction.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

4 Principe

À une température d'essai choisie, les variations de la valeur numérique d'une propriété choisie, 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.

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

Pour la méthode d'Arrhenius, les mesures des vitesses de réaction obtenues sont reportées sur un diagramme logarithmique en fonction de l'inverse de la température et la ligne droite obtenue est extrapolée ou interpolée jusqu'à la température d'utilisation.

Pour la méthode de WLF, les constantes de glissement sont calculées et utilisées pour transposer la relation propriété/temps en température d'utilisation.

5 Sélection des essais et de l'étuve de vieillissement

Il convient que les essais choisis concernent de préférence des propriétés qui sont censées avoir de l'importance en pratique. Chaque fois que possible, il faut utiliser des méthodes d'essai faisant l'objet de Normes internationales.

Pour des évaluations générales, les propriétés les plus couramment utilisées sont la dureté et la courbe contrainte-déformation en traction mais pour des applications d'étanchéité, il est préférable d'utiliser par exemple la relaxation de contrainte ou la déformation rémanente après compression.

Pour le vieillissement des éprouvettes, une étuve à air conforme aux exigences de l'ISO 188 doit être utilisée.

6 Sélection de la valeur limite

La valeur limite doit être choisie en fonction du degré de dégradation correspondant à la valeur maximale acceptable pour la propriété soumise à essai et l'usage final. Un changement de 50 % de la valeur initiale de la propriété est généralement choisi.

En règle générale, il convient de poursuivre l'essai pendant une période suffisamment longue pour atteindre la valeur limite. Bien que l'extrapolation puisse être étendue à des degrés de dégradation plus élevés, cette opération n'est pas recommandée.

7 Éprouvettes

7.1 Les dimensions et la méthode de préparation des éprouvettes doivent être conformes à la norme applicable pour la méthode d'essai correspondante.

7.2 Le nombre minimal total, n, d'éprouvettes nécessaire pour une méthode d'essai destructif dépend:

— du nombre d'éprouvettes, a, nécessaire pour un seul essai conforme à la norme applicable pour la méthode d'essai correspondante;

— du nombre de durées de vieillissement différent, b, nécessaire pour obtenir la relation propriété/temps pour chacune des températures d'exposition;

— du nombre de températures d'exposition, c.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Le nombre minimal d'éprouvettes nécessaire est donné par la Formule (1):

$$n = abc + a \quad (1)$$

II est recommandé de soumettre au vieillissement des éprouvettes supplémentaires à chaque température dans le cas où des problèmes surviendraient après plusieurs semaines, mois, ou années de vieillissement ou lorsqu'une température d'exposition supplémentaire est nécessaire pour améliorer la précision.

Le nombre minimal d'éprouvettes nécessaires pour une méthode d'essai non destructif est généralement donné par la Formule (2):

$$n = ac \quad (2)$$

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

De plus, il peut se révéler nécessaire d'effectuer des essais préliminaires pour déterminer les températures d'exposition et le nombre de points d'essai requis à chaque température.

NOTE Bien qu'il soit possible pour chaque essai et dans un souci d'économie de réduire le nombre d'éprouvettes par rapport à celui spécifié dans la norme applicable pour la méthode d'essai correspondante, l'extrapolation des résultats requiert de parvenir à la meilleure fidélité possible et dans certains cas il peut être préférable d'augmenter le nombre d'éprouvettes.

8 Températures

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

Les éprouvettes doivent être soumises au vieillissement à au moins trois températures, couvrant un intervalle convenable pour établir l'estimation de la durée de vie par extrapolation avec le degré d'exactitude 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. Il convient que les températures utilisées soient de préférence choisies parmi les températures d'essai normalisées indiquées dans l'ISO 23529.

NOTE Pour obtenir une estimation de la durée de vie avec une précision appropriée, il est souvent nécessaire d'utiliser plus de trois températures d'essai.

9 Temps d'exposition

Les propriétés choisies pour mesurer la vitesse de réaction doivent être soumises à essai après chacun des cinq temps d'exposition, au moins, à chaque température, mais plus de temps d'exposition seront nécessaires normalement si le profil de la courbe du changement de propriété en fonction du temps est à établir.

Les temps d'exposition doivent être tels que la propriété choisie pour mesurer la vitesse de réaction puisse être correctement caractérisée. Pour une exposition thermo-oxydative, une progression linéaire sera satisfaisante dans la plupart des cas. Pour une relaxation physique, une progression logarithmique serait plus appropriée. Les exigences concernant les temps d'exposition minimaux dans l'Article 8 doivent être respectées.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

10 Mode opératoire

Mesurer les propriétés choisies au moyen d'ensembles d'éprouvettes non vieillies, conditionnées conformément aux normes applicables à la méthode d'essai correspondante.

Placer le nombre d'éprouvettes nécessaire dans chacune des étuves réglées aux températures choisies.

À la fin de chaque temps d'exposition, conditionner les éprouvettes à examiner conformément à la norme applicable à la méthode d'essai correspondante et mesurer les propriétés choisies.

Poursuivre selon ce mode opératoire jusqu'à ce que le nombre requis d'ensembles d'éprouvettes ait été soumis à essai.

11 Expression des résultats

11.1 Méthode d'Arrhenius

La relation d'Arrhenius peut être écrite comme dans la Formule (3):

$$\ln K\left(T\right) = B - \frac{E}{RT} \tag{3}$$

où

$K(T)$ est la vitesse de réaction (min^{-1});

B est une constante;

E est l'énergie d'activation (J/mol);

R est la constante des gaz parfaits (8,314 J/mol K);

T est la température absolue (K).

L'état auquel est parvenue la réaction est donné par la Formule (4):

$$F_x(t) = K(T) \times t \tag{4}$$

où

$F_x(t)$ est une fonction décrivant l'état, x, auquel est parvenue la réaction;

t est le temps de réaction (min).

Pour différentes températures, T, il y aura différentes vitesses de réaction, $K(T)$.

Pour chaque température d'exposition, tracer une courbe à partir des résultats donnant la valeur de chaque propriété en fonction du temps. Pour chaque courbe, déterminer la vitesse de réaction.

Le plus souvent une mesure appropriée de la vitesse de réaction consiste à déterminer le temps nécessaire à la propriété pour atteindre la valeur limite, déterminé par interpolation comme illustré à la Figure 1.

NOTE La mesure idéale de la vitesse de réaction serait la pente de la courbe propriété-temps, mais celle-ci est rarement linéaire [c'est-à-dire que $F_x(t)$ est rarement linéaire]. Il peut être possible d'ajuster une relation appropriée aux données ou d'obtenir une représentation appropriée en traçant une courbe sur une échelle logarithmique.

Tracer un graphique du logarithme de la vitesse de réaction (par exemple le temps auquel la valeur limite est atteinte) en fonction de l'inverse de la température absolue et tracer la ligne droite passant le plus près de ces points en utilisant les méthodes statistiques habituelles. Un exemple est donné à la

 © ISO 2014 – Tous droits réservés