

Norme internationale



1399

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

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la perméabilité aux gaz — Méthode à volume constant

Rubber, vulcanized — Determination of permeability to gases — Constant volume method

Deuxième édition — 1982-12-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1399:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9a9c859-eb81-45fe-a476-0b73f1575724/iso-1399-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9a9c859-eb81-45fe-a476-0b73f1575724/iso-1399-1982>

CDU 678.063 : 620.1 : 539.217.5

Réf. n° : ISO 1399-1982 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai d'étanchéité au gaz.

Prix basé sur 5 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 1399 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

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 1399-1976), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R. F.	Hongrie	Royaume-Uni
Australie	Inde	Suède
Autriche	Iran	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Colombie	Italie	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	URSS
France	Pologne	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la perméabilité aux gaz — Méthode à volume constant

0 Introduction

La mesure de la perméabilité du caoutchouc aux gaz auxquels il est soumis en permanence est importante pour l'évaluation des mélanges utilisés pour la fabrication d'articles, tels que par exemple chambres à air, revêtements intérieurs de pneus sans chambre, tuyaux, ballons ou autres récipients destinés à contenir un gaz, ou joints. La mesure a, en outre, une importance théorique dans l'étude des caractéristiques de diffusion et de solubilité des gaz en rapport avec la structure des polymères. Les conditions fondamentales d'un essai de perméabilité en vue d'un usage industriel sont la précision, la rapidité et un contrôle exact de la température, alliés à une simplicité maximale dans la réalisation de l'équipement.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la perméabilité aux gaz du caoutchouc vulcanisé.

2 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

perméabilité aux gaz d'un caoutchouc : Débit de gaz, dans des conditions d'écoulement stable, ramené aux conditions normales de température et de pression, entre les faces opposées d'un cube unitaire de caoutchouc solide lorsqu'il est soumis à une différence de pression unitaire et à une température contrôlée.

3 Appareillage (Voir figures 1 et 2)

3.1 Chambre d'essai, prévue pour fixer l'éprouvette sur sa périphérie d'une façon étanche de façon que l'une des faces soit exposée au gaz sous pression. L'autre face de l'éprouvette doit être maintenue de façon à supporter la force due à la pression du gaz, sans subir de déformation. Pour cette raison, le côté basse pression de la chambre d'essai doit être rempli d'une garniture rigide, très perméable, qui peut être constituée d'un disque en ébonite microporeuse ou de disques de fine toile

métallique remplissant totalement la cavité. Un dispositif permettant de mesurer la pression du gaz jusqu'à 500 kPa * environ, avec une erreur inférieure à 1 %, doit être relié au côté haute pression de la chambre d'essai.

Le volume intérieur du côté haute pression de la chambre d'essai doit être de 25 cm³ au moins, pour réduire la perte de pression due à la diffusion, pendant un essai, qui peut durer plusieurs heures.

Le volume intérieur du côté basse pression (atmosphérique) de la chambre d'essai doit être maintenu à une valeur minimale par l'emploi d'une garniture perméable comme celle qui est décrite ci-dessus et en utilisant des tubulures de faible diamètre reliées, par des connexions démontables, au manomètre. On emploie couramment, pour le modèle représenté à la figure 2, un volume total de 1 à 2 cm³ environ entre l'éprouvette et le trait repère.

La chambre d'essai doit être en métal et avoir une masse suffisante pour faciliter le maintien de la température; elle doit comporter une cavité destinée à recevoir un dispositif approprié pour mesurer la température.

3.2 Dispositif de mesurage de la température, permettant une lecture précise à 0,2 °C.

3.3 Manomètre, constitué par un tube capillaire en forme de U, rempli d'un liquide non volatil, tel que le sébaçate de dioctyle, qui ne dissout pas le gaz, portant des graduations sur la partie verticale la plus longue et portant un trait repère sur la partie verticale la plus courte se trouvant à proximité de la chambre d'essai.

Il est utile d'employer un microscope pour observer le niveau du liquide.

Un réservoir à liquide à déplacement vertical est relié par un raccord en T à la partie inférieure du tube manométrique en U. Une soupape de dérivation permettant l'évacuation du gaz lors des réglages initiaux est placée entre la jonction et le trait repère.

NOTE — Tout autre dispositif de mesure de la pression, par exemple un capteur, peut être utilisé à condition qu'il soit convenablement étalonné et permette d'exécuter le mode opératoire essentiellement de la même façon.

* 1 kPa = 1 kN/m²

3.4 Bain thermostatisé, ou tout autre dispositif permettant de maintenir la chambre d'essai à la température d'essai requise à 0,5 °C près. Les parois du bain doivent être disposées de façon que l'orifice de sortie de la chambre d'essai soit placé latéralement, laissant accessible la connexion démontable. Plusieurs chambres d'essai contenant chacune une éprouvette différente peuvent alors être raccordées tour à tour à un seul manomètre.

4 Éprouvette

L'éprouvette doit être constituée par un disque d'épaisseur uniforme et de dimensions s'adaptant à celles de la chambre d'essai, ce disque pouvant être moulé ou prélevé dans une portion du produit à essayer. Il est préférable d'utiliser un disque moulé dont chaque face comporte une nervure ou une arête circulaire s'adaptant dans les rainures correspondantes des éléments de fixation. La variation totale de l'épaisseur (à l'exclusion des arêtes) ne doit pas dépasser 10 % de l'épaisseur moyenne.

Un diamètre de 5 à 6,5 cm laissant une surface d'essai libre de 8 à 16 cm² sont des dimensions convenables; l'épaisseur peut être comprise entre 0,25 à 3,0 mm, l'épaisseur la plus faible étant à adopter de préférence pour un caoutchouc de faible perméabilité, tel que par exemple le butyle. Les surfaces doivent être exemptes d'imperfections et de «trous d'épingles».

5 Délai entre vulcanisation et essai

Sauf spécifications contraires dues à des raisons techniques, les conditions suivantes concernant le délai doivent être respectées.

5.1 Pour tous les essais, le délai minimal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 16 h.

5.2 Pour des essais effectués sur des éprouvettes provenant de produits bruts, le délai maximal entre la vulcanisation et l'essai doit être de 4 semaines, et pour des mesures destinées à être comparées, les essais doivent, dans toute la mesure du possible, être effectués dans le même délai.

5.3 Pour des essais réalisés sur des articles manufacturés, le délai entre la vulcanisation et l'essai ne doit pas être, toutes les fois que cela est possible, supérieur à 3 mois. Pour les autres cas, les essais doivent être effectués dans un délai de 2 mois à partir de la date de réception du produit par le client.

6 Température d'essai

Pour la comparaison normale de la perméabilité de différents vulcanisats de caoutchouc, la température d'essai doit être une température normale de laboratoire (23 ± 2 °C ou 27 ± 2 °C), mais des températures plus élevées peuvent être retenues au cas où l'on souhaiterait des conditions s'approchant des températures d'utilisation des produits en caoutchouc. De telles températures peuvent être choisies parmi les températures de référence suivantes :

40, 55, 70, 85, 125, 150, 175, 200, 225 et 250 °C

Pour chaque essai, ou série d'essais dont on veut comparer les résultats, la tolérance sur la température doit être de ± 0,5 °C.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'éprouvette

Vérifier soigneusement l'absence de «trous d'épingles» ou d'imperfections dans la zone de l'éprouvette correspondant au diamètre de la chambre d'essai (qui est la surface réelle d'essai), et la débarrasser de tous contaminants de surface, tels que par exemple cire ou films provenant de la lubrification du moule.

Mesurer l'épaisseur dans la zone d'essai de l'éprouvette en six points différents avec une précision de 0,02 mm. Prendre, comme épaisseur de l'éprouvette, la moyenne des six mesures effectuées.

Après insertion de la garniture perméable dans la partie profonde de la cavité se trouvant derrière l'éprouvette, fixer celle-ci solidement sur toute sa périphérie en utilisant une mâchoire bien étanche et en enduisant les surfaces de fixation d'un minimum de graisse à vide pour réaliser l'étanchéité. Aucune trace de graisse ne doit se trouver sur la portion centrale de l'éprouvette. Dans le cas d'éprouvettes planes (c'est-à-dire sans nervure) d'épaisseur inférieure ou égale à 0,5 mm, il peut être nécessaire de placer, sur les deux faces de l'éprouvette, des rondelles en caoutchouc butyl vulcanisé souple pour assurer un joint étanche.

La chambre d'essai est alors remplie avec le gaz d'essai sous la pression requise, généralement comprise entre 200 et 400 kPa. La chambre d'essai doit ensuite être amenée à la température d'essai et le tube manométrique raccordé par la connexion.

7.2 Conditionnement de l'éprouvette

L'appareil ainsi monté doit rester à la température d'essai durant 1 h au moins ou, quand la valeur de la diffusivité est connue approximativement, durant un temps minimal, t , donné par l'équation

$$t = \frac{d^2}{2Q} \times V = \frac{d^2}{2D}$$

où

t est le temps de conditionnement, en secondes;

d est l'épaisseur, en mètres, de l'éprouvette;

Q est le coefficient de perméabilité;

D est le coefficient de diffusion, en mètres carrés par seconde;

V est le volume de gaz, en centimètres cubes, absorbé par 1 cm³ de l'éprouvette sous la pression de 1 Pa.

Ce temps minimal, t , garantit que la diffusion du gaz à travers l'éprouvette, et par conséquent le gradient de pression à travers l'éprouvette, a pu atteindre l'état de régime correspondant à la

portion de droite (rectiligne) de la courbe représentée à la figure 3. La partie gauche de cette courbe montre qu'il y a une évolution à la période initiale vers l'état de régime, due à une diffusion à travers l'éprouvette. Seule la partie strictement linéaire de la courbe doit être utilisée pour la mesure de la perméabilité.

7.3 Détermination de la perméabilité aux gaz

La soupape de dérivation étant ouverte vers l'atmosphère, déplacer le réservoir de liquide de façon à amener le niveau des liquides, dans le tube manométrique, au-dessus du trait repère. Si l'on utilise un gaz autre que l'air, le côté haute pression de la chambre d'essai doit être balayé préalablement par le gaz d'essai afin de chasser l'air. Fermer alors la soupape de dérivation. Lorsque le gaz diffuse à travers l'éprouvette, le ménisque descend et, au moment où il atteint le trait repère, mettre en marche un chronomètre (ce qui correspond au temps zéro).

Relever de nouveau le réservoir pour ramener le ménisque au-dessus du trait repère et, lorsque ce dernier redescend à nouveau à hauteur du trait repère, noter le temps et la graduation sur le manomètre. Répéter ces opérations jusqu'à ce que l'on dispose d'un nombre de lectures suffisant pour établir la pente de la partie rectiligne de la courbe lecture du manomètre-temps (voir figure 3) avec une précision suffisante; 12 lectures environ sont nécessaires. Noter périodiquement la température dans la chambre d'essai. Si la courbe de lecture du manomètre-temps a une tendance marquée à s'éloigner de la linéarité en s'incurvant vers la droite (ce qui correspond à une réduction de la pente avec le temps), cela prouve qu'il y a une fuite du côté basse pression de l'appareil. S'il en est ainsi, rejeter le résultat et démonter puis réassembler l'appareil.

7.4 Durée de l'essai

La durée de l'essai sur une seule éprouvette doit en général être de l'ordre de 15 à 30 min, les lectures étant faites toutes les 2 min environ et portées sur un graphique tel que le montre la figure 3, de façon à s'assurer que l'état de régime a bien été atteint.

8 Expression des résultats

Le mesurage de la vitesse d'écoulement du gaz doit être effectué en notant le taux d'augmentation de la pression à volume constant. Il est donc important d'étalonner l'appareil par une détermination précise du volume de gaz entre l'éprouvette et le trait repère, par mesurage des dimensions de la cavité auxquelles on ajoute le volume des passages et de la tubulure.

Le volume réel de la garniture perméable qui est insérée dans la chambre d'essai peut être calculé en divisant la masse de la garniture par la masse volumique du matériau qui le constitue; par exemple, si l'on utilise de la toile de cuivre comme matériau de garnissage, la masse totale de la toile de cuivre doit être divisée par la masse volumique du cuivre solide, soit 8,80 Mg/m³. Le volume réel de la garniture doit alors être soustrait du volume intérieur du côté basse pression de l'appareil jusqu'au trait repère.

L'unité dans laquelle la perméabilité devrait être exprimée est le mètre carré par seconde pascal (m²·s⁻¹·Pa⁻¹)¹⁾, et les valeurs caractéristiques obtenues pour un mélange pur de gomme de caoutchouc naturel sont de l'ordre de 9 × 10⁻¹⁷. L'appareil décrit peut être utilisé dans la gamme de 0,1 × 10⁻¹⁷ à 15 × 10⁻¹⁷ m²·s⁻¹·Pa⁻¹.

La perméabilité, exprimée en mètres carrés par seconde pascal, est donnée par la formule

$$\frac{dh}{dt} \times \frac{V_0 \times d \times \rho \times 10^3 \times 9,81 \times 273}{A \times \Delta p \times T \times 10^5}$$

où

$\frac{dh}{dt}$ est l'élévation, exprimée en mètres par seconde, de la colonne manométrique;

V_0 est le volume réel, en mètres cubes, de gaz dans la partie basse pression de la chambre d'essai;

d est l'épaisseur, en mètres, de l'éprouvette;

ρ est la masse volumique, exprimée en mégagrammes par mètre cube, du liquide manométrique;

A est l'aire, en mètres carrés, de l'éprouvette (sans tenir compte de la partie fixée);

Δp est la différence de pression, en pascals, du gaz diffusant à travers l'éprouvette;

T est la température d'essai, en kelvins;

10^5 est la pression atmosphérique normale approchée, en pascals.

9 Reproductibilité des résultats

La précision de l'essai effectué selon la méthode spécifiée doit être ordinairement de l'ordre de ± 5 % (coefficient de variation) pour des essais répétés sur une même éprouvette. Le coefficient de variation entre les vulcanisats d'une même composition, préparés à des moments différents, peut être entaché d'une erreur supplémentaire de ± 3 %.

10 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la présente Norme internationale;
- l'identification de l'échantillon;
- la perméabilité;
- le gaz utilisé pour l'essai;
- la température d'essai;
- l'épaisseur de l'éprouvette.

1) 1 m²·s⁻¹·Pa⁻¹ = 1 m⁴·s⁻¹·N⁻¹

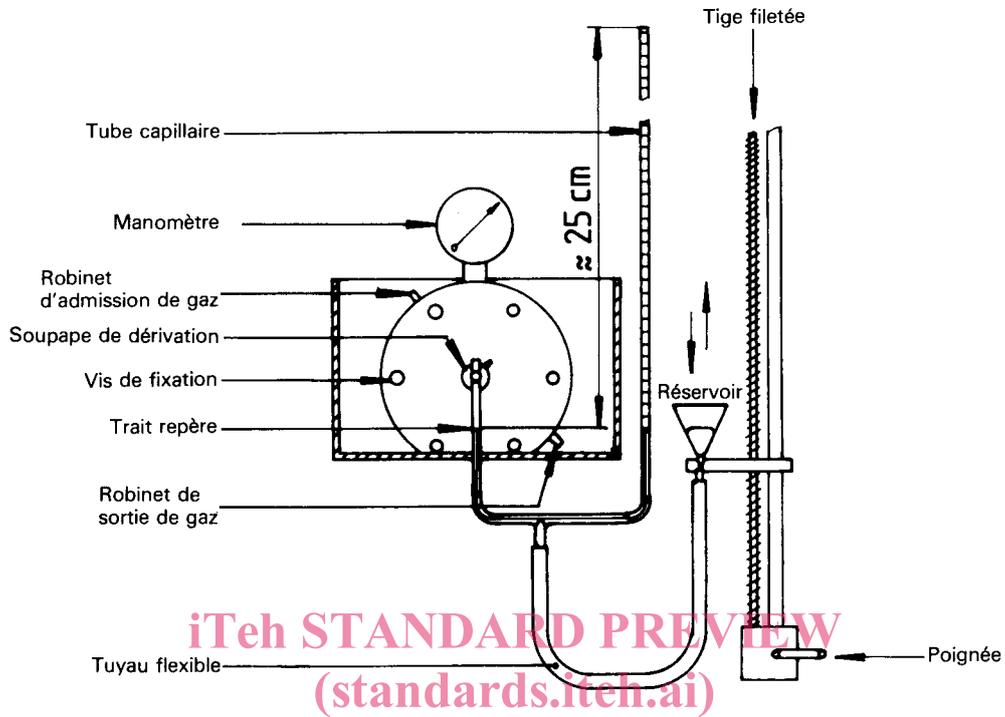


Figure 1 — Appareil pour la détermination de la perméabilité
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9a9c859-cb81-45fe-a476-0b73f1575724/iso-1399-1982>

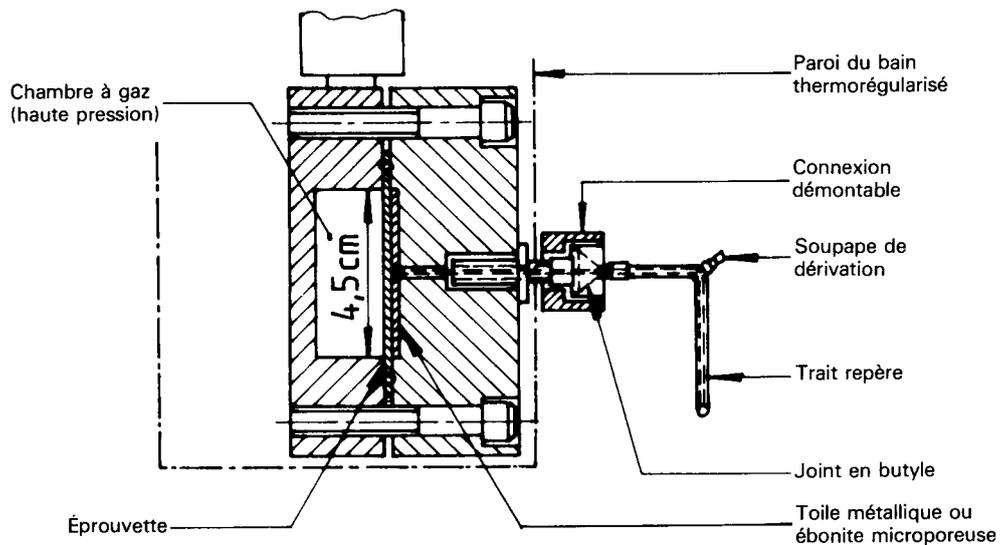


Figure 2 — Coupe montrant le détail de la connexion démontable

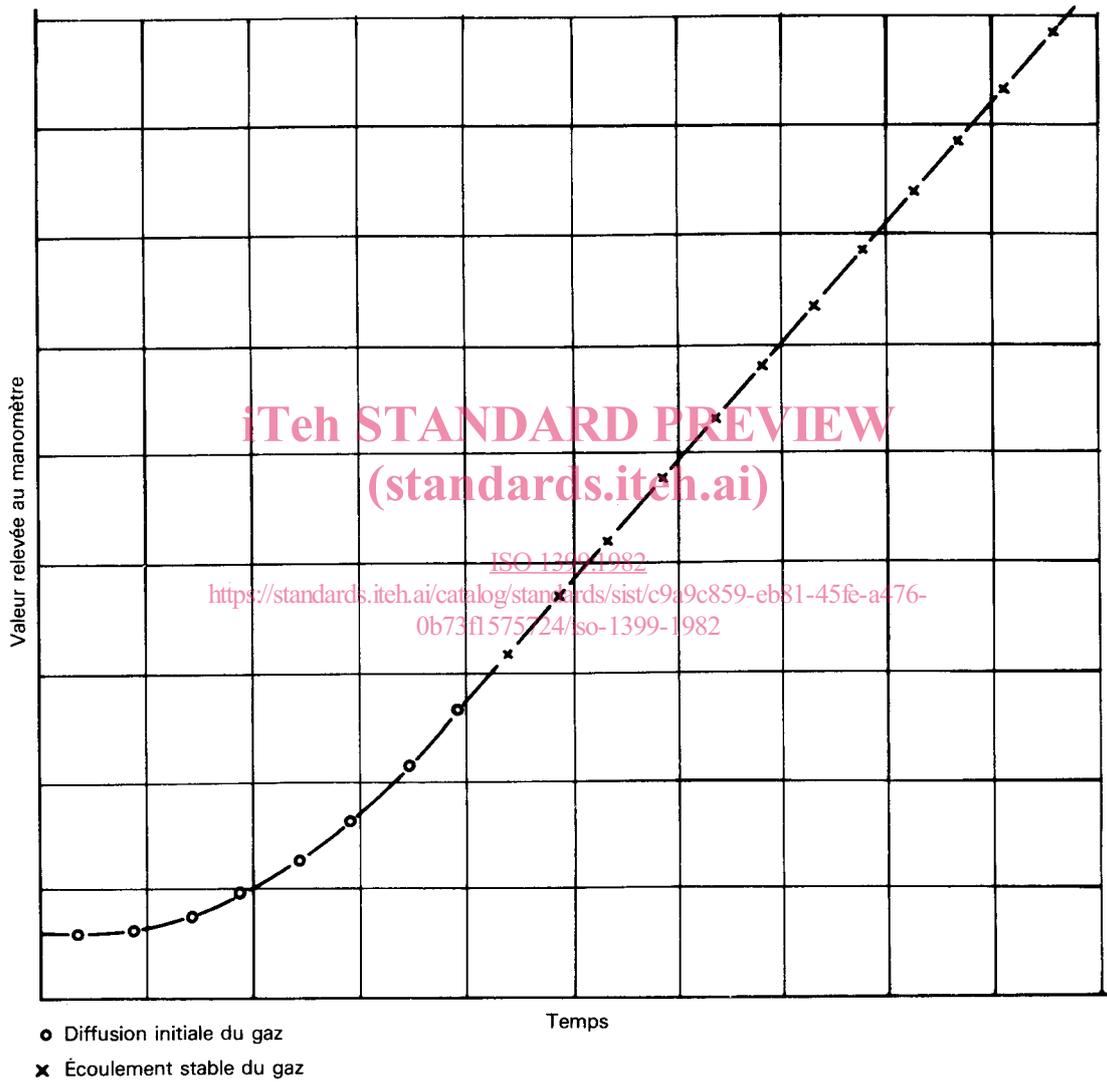


Figure 3 – Courbe type lecture du manomètre-temps

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1399:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c9a9c859-eb81-45fe-a476-0b73f1575724/iso-1399-1982>