
NORME INTERNATIONALE 2782

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

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la perméabilité aux gaz — Méthode de la pression constante

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

Première édition — 1977-12-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2782:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1587d3ed-781a-41a4-bafd-c140fec59f66/iso-2782-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1587d3ed-781a-41a4-bafd-c140fec59f66/iso-2782-1977>

CDU 678.063 : 678.01 : 539.217

Réf. n° : ISO 2782-1977 (F)

Descripteurs : caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, essai, essai d'étanchéité aux gaz, perméabilité aux 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 2782 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Elastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en mars 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Allemagne	Inde	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Canada	Pologne	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	U.S.A.
France	Roumanie	Yougoslavie
Hongrie	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

U.R.S.S.

Caoutchouc vulcanisé — Détermination de la perméabilité aux gaz — Méthode de la pression constante

0 INTRODUCTION

La mesure de la perméabilité aux gaz d'un caoutchouc est importante dans l'évaluation des mélanges pour des produits tels que : chambres à air, pneumatiques sans chambre, tuyaux, ballons ou autres réservoirs à gaz, joints d'étanchéité ou diaphragmes. Cette mesure a également une importance théorique dans l'étude des caractéristiques de diffusion et de solubilité des gaz en relation avec la structure polymérique.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale donne les directives de base pour mesurer la perméabilité aux gaz des caoutchoucs dans des conditions définies, sous une différence de pression constante entre les faces du caoutchouc à essayer. Les résultats obtenus suivant ce mode opératoire ne doivent pas être extrapolés aux épaisseurs de matière qui diffèrent notablement de celle de l'éprouvette.

Elle s'applique aux caoutchoucs solides d'une dureté au moins égale à 35 DIDC et aux gaz tels que air, azote, oxygène, hydrogène, gaz de pétrole liquéfiés (sous la forme gazeuse) et gaz de charbon. Les résultats risquent d'être faussés si le gaz utilisé provoque un boursoufflement appréciable du caoutchouc en cours d'essai.

2 RÉFÉRENCES

ISO 471, *Caoutchouc — Températures, humidités et durées normales pour le conditionnement et l'essai des éprouvettes.*

ISO 1826, *Élastomères — Délai entre vulcanisation et essai.*

ISO 3383, *Caoutchoucs — Directives générales pour l'obtention de températures élevées ou de températures inférieures à la température normale lors des essais.*

3 DÉFINITION

perméabilité aux gaz d'un caoutchouc : Débit de gaz dans les conditions d'écoulement stable ramené aux conditions normales de température et de pression, entre les faces opposées d'un cube unitaire de ce solide, ces dernières étant données à une différence de pression d'une unité et à une température contrôlée.

4 PRINCIPE

Le volume intérieur de la cellule d'essai, maintenue à température constante, doit être partagé, par une rondelle de l'échantillon, en deux zones, l'une sous haute pression, l'autre sous basse pression (atmosphérique). La zone sous haute pression est reliée à un réservoir de gaz sous pression constante, ou est d'un volume tel qu'une fois remplie, elle demeure sous pression constante. Le gaz passe par perméabilité dans la partie sous basse pression, dont le volume est le plus réduit possible, qui est reliée par un tube capillaire à un appareillage permettant de mesurer le volume de gaz transmis, tout en maintenant ou en rétablissant une basse pression identique dans cette zone de la cellule.

La pression absolue dans la zone sous haute pression est maintenue dans une gamme de 0,3 à 1,5 MPa* et, en ce qui concerne la zone sous basse pression, elle est maintenue à la pression atmosphérique prédominante.

Pour une comparaison normale de perméabilité entre différents caoutchoucs vulcanisés, la température d'essai est une température normale de laboratoire, mais des températures préférées plus élevées peuvent être adoptées lorsque ces conditions sont nécessaires pour approcher la température de service des produits en caoutchouc. La température normale de laboratoire et d'autres températures préférées plus élevées doivent être choisies d'après l'ISO 471. Si des températures préférées plus élevées sont adoptées, observer les directives données dans l'ISO 3383.

AVERTISSEMENT — En raison des dangers inhérents à la haute pression et à l'inflammabilité, la manipulation des gaz doit être effectuée uniquement par un personnel expérimenté.

* 1 MPa = 1 N/mm²

5 APPAREILLAGE

Les figures 1 et 2 représentent des exemples d'appareils convenables.

5.1 Cellule d'essai, équipée d'un dispositif permettant de serrer le pourtour de l'éprouvette d'une manière étanche au gaz, en exposant l'une de ses faces aux gaz sous pression. L'autre face de l'éprouvette ne doit pas présenter de déformation importante malgré l'effort de la pression. Pour cela, la zone de la cellule d'essai sous basse pression doit être fermée par une plaque rigide et poreuse, qui peut être une rondelle de matériau microporeux tel que l'ébonite microporeuse, des rondelles d'acier inoxydable fritté microporeux, ou des rondelles de toile métallique très fine ou de papier filtre remplissant complètement la cavité. Un indicateur de la pression du gaz, avec une erreur inférieure à 1 %, doit être relié à la zone de la cellule sous haute pression.

Le volume de la zone de la cellule sous haute pression doit être d'au moins $25 \times 10^{-6} \text{ m}^3$ (25 cm^3), afin de réduire l'influence de la perte de pression provoquée par la diffusion pendant l'essai, qui peut durer plusieurs heures. Le volume interne de la cellule d'essai du côté basse pression (sous pression atmosphérique) doit être maintenu au moyen d'une plaque poreuse, semblable à celle qui est décrite précédemment, et par des passages de faible diamètre à travers un raccord et une tuyauterie démontables reliés à un tube capillaire. Le volume libre total entre l'éprouvette et la graduation zéro ne doit pas dépasser $2 \times 10^{-6} \text{ m}^3$ (2 cm^3).

Les cellules d'essai doivent être construites en métal et avoir une masse suffisante pour permettre la stabilité de la température; elles doivent être équipées d'un logement pour l'appareil de mesure de la température (5.2).

5.2 Appareil de mesure de la température, précis à $\pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$.

5.3 Baromètre.

5.4 Appareil de mesure des volumes gazeux transmis, consistant essentiellement en un tube capillaire de section droite connue et constante sur toute la longueur utilisée pour les mesures de volume.

Les sections droites appropriées sont de $0,7 \times 10^{-6}$ à $2 \times 10^{-6} \text{ m}^2$ (de $0,7$ à 2 mm^2), avec une précision de $\pm 1 \%$ en uniformité.

Le tube capillaire doit être gradué ou comporter une échelle graduée fixée à sa partie rectiligne.

Il doit être convenablement rempli avec un liquide non volatil qui ne dissout pas le gaz [le di(éthylhexyl-2) sébacate ou le tritolyl phosphate, coloré par du rouge Soudan, convient].

Le tube capillaire peut être monté sur la couche de la cellule, ou être équipé d'une soupape de dérivation permettant de commencer les mesures de volume après une période de conditionnement.

ICH STANDARDS PREVIEW
standards.iteh.ai
ISO 2782-1977
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1587d3ed-781a-41a4-bafd-c140fcc59f66/iso-2782-1977>

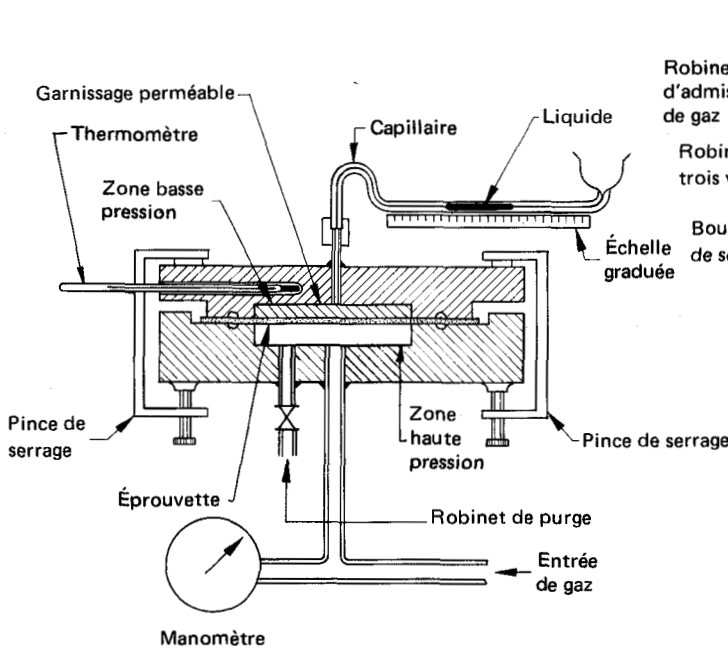


FIGURE 1 – Appareil avec dispositif horizontal de mesure

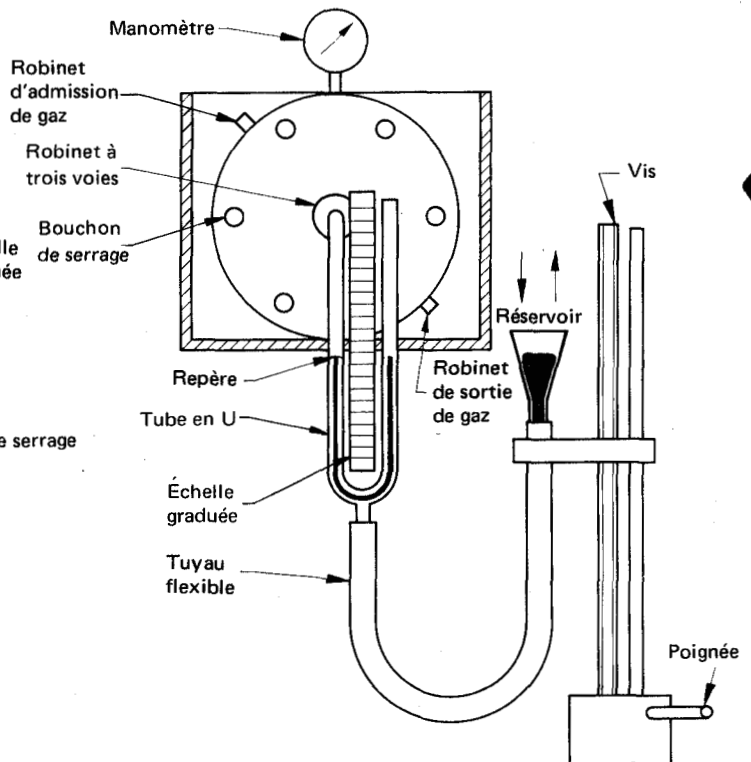


FIGURE 2 – Appareil avec dispositif vertical de mesure

Le tube capillaire peut être monté soit horizontalement, soit verticalement. Dans le premier cas seulement, une goutte de liquide peut servir comme repère des variations de volume. Dans le second cas, un réservoir de liquide vertical et de hauteur réglable, relié par un té dans la partie la plus basse du tube capillaire, doit être prévu afin de rétablir le niveau de la pression dans la zone basse pression.

Un microscope ou un cathétomètre peut être utilisé pour observer la position du liquide.

5.5 Bain à température constante, ou autres moyens permettant de maintenir la cellule d'essai à la température voulue à ± 1 °C.

La paroi de la cuve doit être aménagée de façon que l'orifice d'échappement de la cellule d'essai passe à travers une paroi du bain, en laissant accessible l'accouplement démontable du tube capillaire.

6 ÉPROUVETTES

6.1 Forme et dimensions

L'éprouvette doit être constituée par un disque d'épaisseur constante et de dimensions en rapport avec celles de la cellule d'essai, fabriquée soit par moulage, soit par découpage d'une feuille ou d'un produit. Il est préférable d'utiliser un disque moulé ayant, sur chacune de ses faces, une nervure ou une nervure circulaire qui puissent s'emboîter dans les rainures correspondantes du dispositif de serrage. Dans le cas où l'éprouvette prend la forme d'une feuille plate, des joints toriques convenables doivent être montés dans les rainures, dans la cellule d'essai.

La variation maximale d'épaisseur (en excluant les nervures) ne doit pas dépasser 10 % de l'épaisseur moyenne.

Les dimensions convenables sont : diamètre de 50 à 155 mm, avec une surface libre d'essai de 800×10^{-6} à $7\,000 \times 10^{-6}$ m² (de 8 à 70 cm²); l'épaisseur peut être comprise entre 0,25 et 3 mm, l'épaisseur la plus faible étant avantageuse pour les caoutchoucs de faible perméabilité, tels que caoutchouc isoprène-isoprène. Il ne doit pas y avoir de défauts ni de trous d'épingles.

6.2 Nombre

Deux éprouvettes doivent être utilisées pour chaque caoutchouc.

7 DÉLAI ENTRE VULCANISATION ET ESSAI

Les prescriptions de l'ISO 1826 sont applicables.

8 TEMPÉRATURE D'ESSAI

La température d'essai, pour des comparaisons normales de perméabilité entre divers caoutchoucs, doit être l'une

des températures normales de laboratoire indiquées dans l'ISO 471. On peut opérer à des températures plus élevées lorsque les conditions doivent reproduire les températures de service des produits en caoutchouc. Les températures plus élevées doivent être choisies dans la liste des températures donnée dans l'ISO 471.

Quel que soit l'essai, ou les séries d'essais destinées à être comparées, la tolérance sur la température doit être de ± 1 °C pour les températures inférieures à 175 °C et de ± 2 °C pour les températures supérieures à 200 °C.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Préparation de l'éprouvette

Examiner soigneusement l'éprouvette pour déceler les défauts ou les trous d'épingles dans la zone du diamètre intérieur de la cellule (qui est la surface d'essai effective). On doit éviter toute contamination de la surface entre la fabrication et l'essai.

Déterminer l'épaisseur de l'éprouvette dans la surface d'essai comme étant la moyenne de six mesurages, chacun effectué avec une précision de 0,02 mm. Placer la plaque poreuse au fond de l'alvéole situé sous l'éprouvette dans la zone basse pression. Fixer soigneusement l'éprouvette sur sa périphérie.

NOTE — On peut mettre un petit peu de graisse à vide sur les surfaces de serrage de façon à assurer l'étanchéité au gaz, mais aucune trace de graisse ne doit apparaître sur la partie centrale de l'éprouvette.

Placer la cellule d'essai dans le bain à température constante et la relier au réservoir de gaz d'essai à la pression requise pour cet essai (de 0,3 à 1,5 MPa, selon la perméabilité de l'éprouvette).

Maintenir constante, à $\pm 2,5$ %, la pression du gaz pendant l'essai.

9.2 Conditionnement de l'éprouvette

L'appareil monté doit pouvoir demeurer à la température d'essai durant un minimum de 16 h, ou, si la valeur approximative de diffusion connue, durant un temps minimal, t , en secondes, donné par la formule

$$t = \frac{b^2}{2Q} \times S = \frac{b^2}{2D}$$

où

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

Q est la perméabilité, en mètres carrés par pascal seconde [m²/(Pa·s)];

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

S est la constante de solubilité (le volume de gaz dissous par unité de volume de l'éprouvette à la pression unitaire), en pascals réciproques $\left(\frac{1}{\text{Pa}}\right)$.

Le temps minimal t garantit que la diffusion du gaz à travers l'éprouvette, et, de là, le passage du gaz à travers l'éprouvette, peut atteindre un débit constant représenté par la partie droite de la courbe de la figure 3. La partie gauche de cette courbe montre le régime initial avant le régime stable, en fonction de la diffusion à travers l'éprouvette. Seule la partie rigoureusement linéaire de cette courbe est utilisée pour la mesure de la perméabilité.

9.3 Détermination du débit

Charger le tube capillaire, calibré comme précisé dans la note ci-après, avec le liquide non volatil spécifié en 5.4. Le monter sur la cellule d'essai et fermer le robinet à trois voies s'il y a lieu. Le ménisque se déplace en fonction de la diffusion du gaz à travers l'éprouvette. Si le tube capillaire est monté verticalement, comme dans l'appareil représenté à la figure 2, il y a lieu de compenser les niveaux dans les deux branches du tube en U, en modifiant le réservoir aussi fréquemment que possible et toujours immédiatement avant la lecture. Seuls les niveaux dans le tube en U doivent être considérés, car le niveau dans le compensateur ne peut correspondre aux autres niveaux en raison de l'action capillaire du tube en U.

Déclencher le chronomètre lorsque le ménisque atteint la graduation zéro (temps zéro).

Toutes les 2 min environ pendant la durée de l'expérience, qui varie typiquement de 10 à 60 min après que le débit constant a été atteint, enregistrer les graduations atteintes par le liquide dans le tube capillaire.

Tracer une courbe temps/longueurs qui ne doit pas montrer de déviation importante de la ligne droite après que le débit constant a été atteint. Dans le cas où cela se produit, le résultat de l'essai doit être rejeté et l'expérience recommencée.

NOTE — Méthode de mesurage de la section droite du tube capillaire

- 1 Introduire une quantité de mercure telle qu'elle remplisse le tube capillaire sur une longueur de 20 mm environ (0,2 à 0,6 g).
- 2 En maintenant le tube horizontalement, effectuer le mesurage de la longueur, L , de mercure en différentes positions sur la longueur du tube (cinq à dix positions), avec une précision de 0,02 mm.
- 3 Peser le tube capillaire avec et sans le mercure, à 1 mg près.

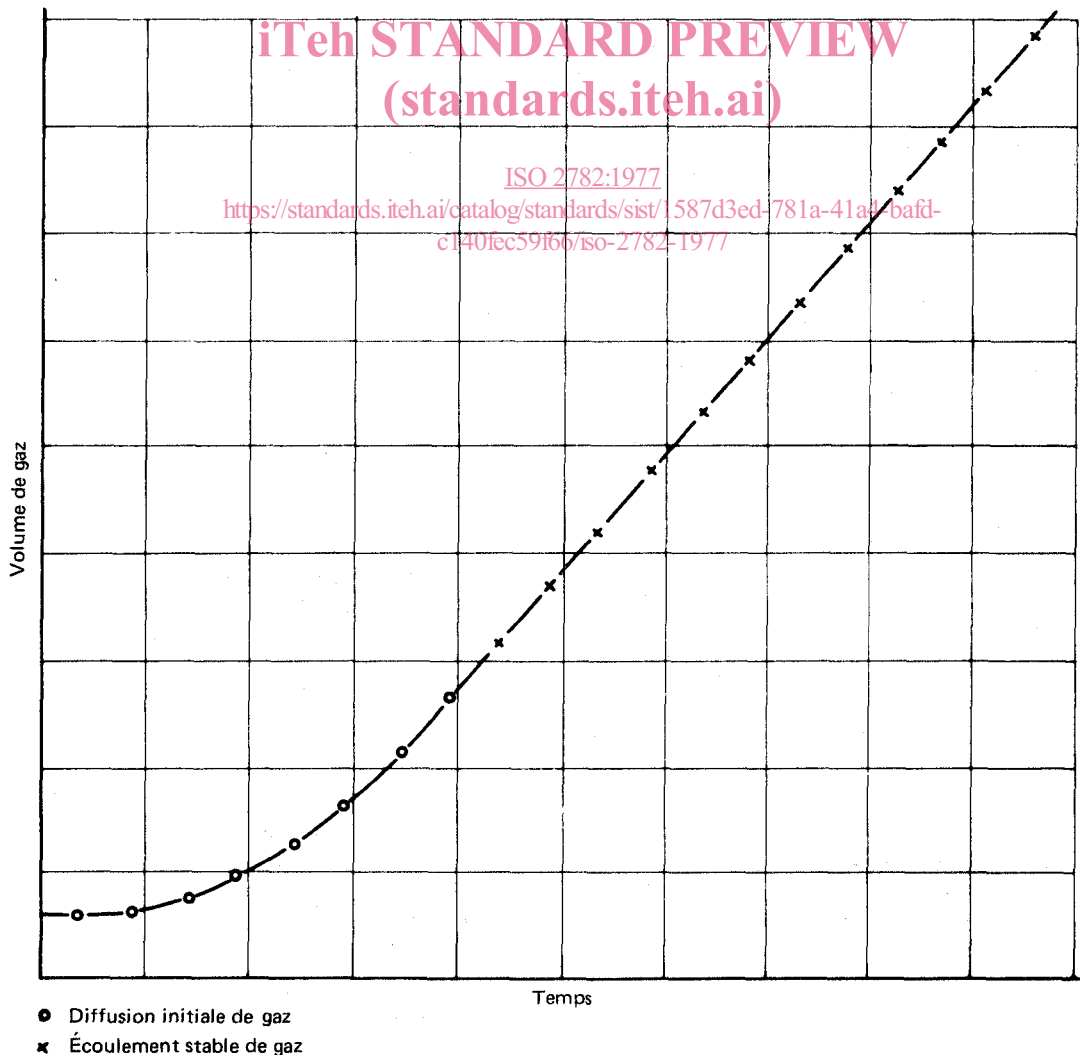


FIGURE 3 — Courbe typique lecture du volume de gaz/temps

4 La section droite, A_1 , du tube capillaire dans chaque position est donnée, en millimètres carrés, par la formule

$$A_1 = \frac{m_1 - m_2}{L \rho}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, du tube capillaire, avec le mercure;

m_2 est la masse, en milligrammes, du tube capillaire, sans le mercure;

L est la longueur, en millimètres, de mercure dans le tube capillaire;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, du mercure.

Les écarts entre chaque mesure des sections droites A_1 ne doivent pas dépasser 1 % de la valeur moyenne.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La perméabilité doit être calculée de la manière suivante. La pression existant dans la partie basse pression doit être obtenue à l'aide d'un baromètre, en utilisant l'équation suivante :

$$1 \text{ mmHg à } 0^\circ \text{C} = 133,322 \text{ Pa}$$

Cela peut être corrigé pour tenir compte de la dilatation du mercure et de l'échelle, mais aucune réduction au niveau de la mer ne doit être appliquée.

La pression existant dans la zone haute pression doit être obtenue à l'aide d'un manomètre (si elle est relative, on doit alors ajouter p_1).

Les coordonnées d'une paire de points (ou les moyennes de plusieurs paires de points) du tracé de la courbe temps/longueurs donnent les valeurs correspondantes Δt et ΔL .

Le volume gazeux transmis, réduit aux conditions de référence, est

$$\begin{aligned} \Delta V &= A_1 \Delta L \frac{273 p_1}{101\,300 T} \\ &= \frac{0,002\,7 A_1 \Delta L p_1}{T} \end{aligned}$$

La perméabilité peut être calculée de la manière suivante :

$$\begin{aligned} Q &= \frac{b \Delta V}{\Delta t A_2 (p_2 - p_1)} \\ &= \frac{0,002\,7 b A_1 \Delta L p_1}{\Delta t A_2 T (p_2 - p_1)} \end{aligned}$$

où

A_1 est la section droite, en mètres carrés, du tube capillaire;

A_2 est la surface libre, en mètres carrés, de l'éprouvette;

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

ΔL est la modification, en mètres, dans la longueur du

déplacement du ménisque, obtenue dans la partie linéaire de la courbe, durant la période de Δt secondes;

p_1 est la pression (absolue), en pascals, dans la zone basse pression;

p_2 est la pression (absolue), en pascals, dans la zone haute pression;

Q est la perméabilité, en mètres carrés par pascal seconde [$\text{m}^2/(\text{Pa}\cdot\text{s})$];

T est la température (absolue) d'essai, en kelvins;

Δt est la période, en secondes, nécessaire pour une modification donnée dans la longueur du déplacement du ménisque;

ΔV est le volume gazeux transmis, en mètres cubes, dans les conditions de référence, durant la période de Δt secondes;

273 est la température (absolue) de référence du gaz, en kelvins;

101 300 est la pression (absolue) de référence du gaz, en pascals.

Pour chaque jeu de deux éprouvettes, les deux valeurs de perméabilité ne doivent pas varier de plus de $\pm 10\%$ de leur moyenne. Dans le cas contraire, déterminer la perméabilité sur un autre jeu de deux éprouvettes et calculer la moyenne des résultats des quatre essais.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

a) Détails des échantillons :

1) une description complète de l'échantillon et de son origine;

2) les détails du composé, du temps de cuisson et de la température, si applicable;

3) la méthode de préparation des éprouvettes à partir de l'échantillon, c'est-à-dire par moulage ou par découpage, et leurs dimensions.

b) Méthode d'essai : la référence de la présente Norme internationale (ISO 2782).

c) Détails de l'essai :

1) la température d'essai;

2) le gaz utilisé pour l'essai;

3) la pression de gaz existant dans la zone haute pression.

d) Résultats d'essai :

1) le nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;

2) la valeur moyenne de la perméabilité.

e) Date de l'essai.