

MELANGES CAOUTCHOUC - CARACTERISATION PAR PYROLYSE

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT n° 1271.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A. et RENAULT en NOVEMBRE 1986.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la caractérisation quantitative de la composition des mélanges caoutchouc par la détermination du taux de matière pyrolysable, de combustible non pyrolysable et de cendres (voir nota ci-après). Elle s'applique aux plaques et pièces en caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique, compact et alvéolaire, ainsi qu'éventuellement aux mélanges crus destinés à être vulcanisés.

Nota : *Pour les caoutchoucs à base de gommes NR, IR, BR, SBR, EPDM (voir norme B63 0100), la correspondance est généralement assez bonne entre le taux de matière pyrolysable et le taux de gomme, le taux de combustible non pyrolysable et le taux de noir, le taux de cendres et le taux de charges minérales. Cette correspondance est plus incertaine pour les caoutchoucs à base de CR et NBR (voir norme B63 0100) et n'a pas été établie pour les autres types de gommes.*

La présence de certains composants (carbonate de magnésium, kaolin non calciné, etc.) peut fausser l'interprétation des résultats obtenus.

2.PRINCIPE

Après extraction préalable selon la méthode d'essai D40 5271, l'échantillon est soumis à une pyrolyse sous azote, puis brûlé dans l'oxygène.

Les taux de matière pyrolysable, de combustible non pyrolysable et de cendres sont déduits des variations de masse du récipient contenant l'échantillon.

La pyrolyse est normalement effectuée dans un four réglé à 600 °C. Compte tenu de la durée impliquée par cette technique, une procédure plus rapide consiste à effectuer la pyrolyse dans un matras en verre, les résultats obtenus étant très voisins.

En cas de résultats divergents, c'est le procédé au four qui doit être retenu.

3. APPAREILLAGE

3.1. DISPOSITIF DE PYROLYSE POUR PROCÉDE AU FOUR

3.1.1 Four tubulaire réglé à $600\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.1.2 Nacelle en matière réfractaire d'une capacité adaptée aux dimensions du four et à la quantité d'échantillon.

3.1.3 Thermocouple ou autre dispositif permettant de mesurer la température à proximité de la nacelle (3.1.2).

3.1.4 Tube d'arrivée de gaz avec raccord flexible.

3.2. DISPOSITIF DE PYROLYSE POUR PROCÉDE AU MATRAS

3.2.1 Matras en pyrex d'environ 25 ml (voir annexe) muni d'un crochet en fil de nickel ou d'acier inoxydable.

3.2.2 Tube d'arrivée de gaz en pyrex avec raccord flexible.

3.2.3 Bec Bunsen.

3.3. DEBITMETRES

permettant de mesurer des débits, soit de 3 à 10 l/h, soit de 5 à 50 l/h.

3.4. BOUTEILLE D'AZOTE COMPRIME

3.5. BOUTEILLE D'OXYGENE COMPRIME

3.6. BALANCE

à 0,1 mg près.

3.7. DESSICCATEUR

garni d'une substance desséchante.

4. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Prélever, dans la plaque ou la pièce, un échantillon d'au moins 5 grammes.
- Le découper en fines bandelettes de section 3 à 4 mm² puis en petits cubes de 1 à 2 mm de côté environ ou le réduire en poudrette à l'aide d'une râpe.
- Prélever environ 5 grammes de la prise d'essai et les peser à 0,1 mg près ; les extraire à l'acétone ou au méthanol suivant la méthode d'essai D40 5271. Déterminer le pourcentage E d'extrait acétonique ou méthylque.

5. MODE OPERATOIRE

5.1. PROCEDE AU FOUR

- Placer la nacelle (3.1.2) dans le four (3.1.1) réglé à 600 °C et l'y maintenir pendant 15 minutes ; après cette période de conditionnement, la sortir du four et la laisser refroidir dans le dessiccateur (3.7).
- Tarer la nacelle ; soit M_0 sa masse.
- Introduire 0,5 gramme environ de l'échantillon dans la nacelle et la peser à 0,1 mg près ; soit M_1 sa masse.
- Raccorder le four à l'un des débitmètres (3.3) et à la bouteille d'azote (3.4) avec le raccord flexible (3.1.4) ; régler le débit d'azote de telle façon que le rapport

$$\frac{\text{débit d'azote en l/h}}{\text{diamètre du four tubulaire en mm}}$$
 soit égal à 1

- Placer la nacelle dans le four (3.1.1) sous courant d'azote.
- Après 30 minutes à 600 °C, pousser la nacelle vers l'extrémité du four et la laisser refroidir quelques minutes sous courant d'azote.
- Remplacer la nacelle dans le dessiccateur jusqu'à refroidissement complet (30 minutes environ).
- Peser la nacelle avec l'échantillon pyrolysé à 0,1 mg près ; soit M_2 sa masse.
- Relier le four à la bouteille d'oxygène (3.5) et à l'un des débitmètres (3.3) avec le raccord (3.1.4).
- Régler le débit d'oxygène à 10 l/h.
- Placer la nacelle dans le four sous courant d'oxygène.
- Après 15 minutes, sortir la nacelle du four et la laisser refroidir dans le dessiccateur (30 minutes environ).
- Peser la nacelle avec les cendres, à 0,1 mg près ; soit M_3 sa masse.