

ETUDE DE LA VULCANISATION DU CAOUTCHOUC ET D'ELASTOMERES SYNTHETIQUES

I - Définitions

La **vulcanisation** est la phase qui correspond à la **réticulation des chaînes de polymère**, pour obtenir un réseau maillé, lors de la fabrication du caoutchouc (en général un pont soufré tous les 20 à 30 mers). La vulcanisation se fait en général par des **ponts soufrés**, mais également par élimination d'atome de chlore ou par l'intermédiaire de diènes (EPDM).

La vulcanisation se traduit par :

- **une augmentation de la viscosité** et du coefficient de cisaillement de l'élastomère à l'état fondu ;
- **une augmentation de la dureté** (donc du module d'élasticité) ;
- l'obtention de «**l'élasticité caoutchoutique**», c'est-à-dire une déformation élastique de forte amplitude totalement réversible et instantanée sans échauffement.

La vulcanisation dépend de la température, des agents de vulcanisation.

La vulcanisation permet de transformer un polymère linéaire en réseau tridimensionnel en ajoutant des ponts soufrés entre les chaînes carbonées linéaires en fonction de la température et des agents de vulcanisation.

La vulcanisation entraîne une **augmentation de la dureté et la présence d'une déformation élastique** chez le caoutchouc.

Lors du processus, les chaînes linéaires du polymère initial perdent leur nouvelle structure tridimensionnelle. Il faut introduire de nouveaux paramètres pour d'écrire cette nouvelle structure tridimensionnelle.

II - Détermination de l'indice de dureté pour les caoutchoucs

L'objet de la manipulation est la détermination d'un indice de dureté. De plus, pour les matériaux isotropes et fortement élastiques comme les caoutchoucs naturels bien vulcanisés, on connaît une **relation entre la dureté exprimée en degrés internationaux et le module d'élasticité longitudinale** (ou module de Young) ; par contre, pour les caoutchoucs anisotropes ou notablement plastiques, cette relation est connue avec moins de précision.

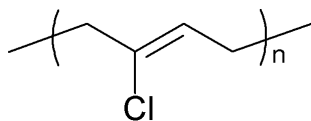
La relation entre la différence de pénétration ou la dureté exprimée en « degrés internationaux de dureté de caoutchouc » (DIDC) et le module de Young s'obtient par l'emploi d'une **courbe** (tenant compte de l'erreur normale) reliant la **valeur de $\log_{10}^E$ et la dureté exprimée en DIDC** comme le montre la figure jointe en fin de TP. Cette courbe est définie par :

- a) la valeur de $\log_{10}^E$ correspondant au point d'inflexion, soit 1,36 (E étant exprimé en bars (soit $E = 23$ bars)) ;
- b) la pente maximale égale à 57 degrés internationaux pour un arrondissement unitaire de $\log_{10}^E$.

L'échelle de dureté du caoutchouc est choisie de telle sorte que :

- le degré (0) représente la dureté d'un élastomère ayant un **module d'élasticité nul**,
- le degré (100), la dureté d'un élastomère ayant un **module d'élasticité infini**.

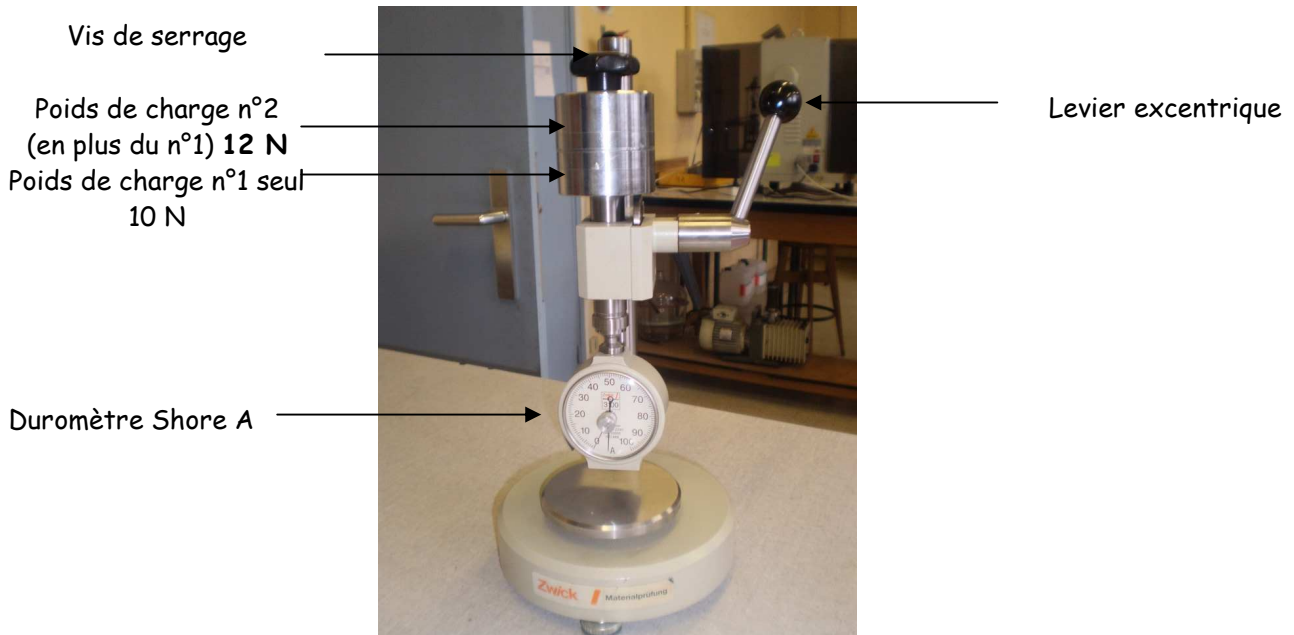
III - Présentation du polychloroprène



Le polychloroprène est obtenu par **polymérisation du chloroprène**. Lorsque que les motifs du polychloroprène s'enchaînent, on peut avoir soit des liaisons 1,4 trans soit 1,4 cis. Mais comme les **liaisons 1,4 trans sont les plus stables**, elles seront prépondérantes dans le polymère quelques que soient les conditions de travail.

Cependant le taux de liaisons 1,4 trans du polychloroprène varie si on modifie la température. En effet, pour une polymérisation à 70°C le taux est de 77% alors que pour une polymérisation à 40°C le taux passe à 85% (pour des températures basses il y a une augmentation de liaisons 1,4 trans).

IV - Manipulation : Etude des CAOUTCHOUCS (Dureté SHORE A)



Les degrés internationaux de dureté correspondent aux degrés Shore A. La relation est :

$$\text{Dureté DIDC} = \text{Dureté SHORE A} + 2$$

Mode opératoire :

Vérifier que le duromètre est exactement de niveau.

Ce réglage effectué, opérer de la manière suivante :

1°) **Placer l'éprouvette** à faces planes et parallèles sur la platine circulaire. Les surfaces à étudier doivent être propres, lisses et sans défauts sinon les valeurs de duretés ne seront pas concordantes.

2°) L'aiguille du micromètre doit être au zéro du cadran.

3°) Si l'aiguille n'est pas au zéro tourner le cadran du micromètre pour amener l'aiguille au zéro de la graduation.

4°) Déclencher le chronomètre et tourner le levier excentrique vers l'avant.

5°) **Après 15 secondes** lire la dureté en shore A.

6°) Effectuer les mêmes mesures en 5 points au minimum, réparties convenablement sur l'éprouvette et sur des zones où l'éprouvette est d'aspect identique.

Eprouvettes : Norme ISO R 868 :

Les deux faces de l'éprouvette doivent être planes, lisses et parallèles.

L'**épaisseur** doit de préférence être comprise entre **8 et 10 mm**. Des éprouvettes d'épaisseur inférieur ou supérieur peuvent convenir mais elles ne doivent en aucun cas avoir une épaisseur inférieure à 4 mm. Si cela est nécessaire, l'épaisseur peut être obtenue par la superposition de plusieurs plaquettes prélevées dans la même pièce de caoutchouc, à condition que leurs surfaces soient bien planes et lisses

La surface des éprouvettes doit être telle que la distance entre les points d'impact et le bord de l'éprouvette ne soit pas inférieure aux valeurs données dans le tableau suivant en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette.

Epaisseur	Distance minimale entre le point d'impact et le bord de l'éprouvette en mm
4	7
5	7,6
7	8,5
10	10
15	11,5
25	12,7

Norme ISO R 868: Duromètre SHORE A (caoutchouc)

lecture directe de la dureté 15 s après l'application de la charge.

a) Etude de l'influence du temps de vulcanisation sur la dureté (et l'élasticité) du polychloroprène

Tracer la courbe : **Dureté = f (temps de vulcanisation)** pour les deux qualités de polychloroprène Butachlor MC 10 et MC 30.

Choisir le temps de vulcanisation à afficher sur une presse industrielle. Calculer le module d'élasticité du caoutchouc pour cette valeur.

b) Influence du taux de charge de noir de carbone sur la dureté du polychloroprène.

Tracer la courbe : Dureté = f (taux de noir de carbone) pour les cinq échantillons de Butachlor : n° 1 : 1% ; n°2 : 15 % ; n°3 : 30% ; n°4 : 45% ; n° 5 : 60%.

Le micromètre indique la dureté shore A.