
**Caoutchouc — Détermination des
caractéristiques de vulcanisation à l'aide
du rhéomètre à disque oscillant**

*Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the
oscillating disc curemeter*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3417:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3417:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	2
6 Étalonnage du capteur et de l'enregistreur du couple	4
7 Éprouvette	4
8 Température de vulcanisation	5
9 Conditionnement	5
10 Mode opératoire	5
11 Expression des résultats	5
12 Rapport d'essai	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3417:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008>

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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.

L'ISO 3417 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*. (standards.iteh.ai)

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3417:1991), qui a fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3cee0484/iso-3417-2008>

Caoutchouc — Détermination des caractéristiques de vulcanisation à l'aide du rhéomètre à disque oscillant

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

ATTENTION — Certains modes opératoires spécifiés dans la présente Norme internationale peuvent impliquer l'utilisation ou la production de substances ou la production de déchets susceptibles de constituer un danger environnemental localisé. Il convient de se référer à la documentation appropriée relative à la manipulation et à l'élimination de ces substances en toute sécurité après utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de certaines caractéristiques de vulcanisation d'un mélange de caoutchouc à l'aide du rhéomètre à disque oscillant. L'utilisation du rhéomètre est décrite dans l'ISO 6502.

2 Références normatives

ISO 3417:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-5f7a3c0484/iso-3417-2008>

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 6502, *Caoutchouc — Guide pour l'emploi des rhéomètres*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 6502 s'appliquent.

4 Principe

4.1 Une éprouvette de caoutchouc est comprimée dans une chambre d'essai étanche, sous une pression initiale positive, et maintenue à une température élevée. Un disque biconique est noyé à l'intérieur de l'éprouvette et oscille sous une faible amplitude de rotation. Cette action impose une déformation de cisaillement sur l'éprouvette, et le couple nécessaire à l'oscillation du disque dépend de la rigidité (module de cisaillement) du caoutchouc. Le couple est enregistré graphiquement et automatiquement en fonction du temps.

On ne peut espérer une proportionnalité directe entre le couple et la rigidité dans toutes les conditions d'essai car — particulièrement dans la plage des couples élevés — il faut tenir compte de la déformation élastique de la tige du disque et du dispositif d'entraînement. En outre, dans les cas de faibles amplitudes d'oscillation, on peut penser que la déformation possède une composante élastique considérable. Pour les essais de contrôle de routine, des corrections ne sont toutefois pas nécessaires.

4.2 La rigidité de l'éprouvette de caoutchouc augmente à mesure que se poursuit la vulcanisation. La courbe est achevée lorsque le couple enregistré atteint soit une valeur d'équilibre, soit une valeur maximale (voir Figure 1). Si le couple continue à augmenter, la vulcanisation est considérée comme achevée après un temps donné. Le temps nécessaire à l'obtention d'une courbe de vulcanisation est fonction de la température d'essai et des caractéristiques du mélange de caoutchouc.

4.3 On peut déduire les paramètres suivants à partir de la courbe enregistrée représentant le couple en fonction du temps, c'est-à-dire $M = f(t)$ (voir Figure 1).

M_L	couple minimal;
M_{HF}	couple palier;
M_{HR}	couple maximal (courbe de réversion);
M_H	valeur la plus élevée du couple atteinte sur une courbe où l'on obtient ni palier, ni valeur maximale après un temps spécifié;
t_{sx}	temps nécessaire pour obtenir une amorce de vulcanisation (temps de grillage);
$t_c(y)$	temps nécessaire pour obtenir un pourcentage donné du couple maximal mesuré;
$t_c'(y)$	temps nécessaire pour obtenir un pourcentage donné d'une vulcanisation complète à partir du couple minimal;
$\frac{100}{t_c(y) - t_{sx}}$	indice de vitesse de vulcanisation (pente moyenne de la courbe, calculée comme indiqué par la formule).

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le couple minimal M_L dépend de la rigidité et de la viscosité, à faible vitesse de cisaillement, du mélange non vulcanisé.

[ISO 3417:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-30e0e0e0e0e0/iso-3417-2008)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/44b193d2-6a8d-433b-9cce-30e0e0e0e0e0/iso-3417-2008)

Le couple maximal (M_{HF} , M_{HR} ou M_H) est une mesure de la rigidité du caoutchouc vulcanisé à la température d'essai.

Le temps nécessaire pour obtenir une amorce de vulcanisation t_{sx} est une mesure de la sécurité de mise en œuvre du mélange.

Les temps $t_c(y)$ et $t_c'(y)$ et les couples correspondants fournissent des informations sur le déroulement de la vulcanisation. Le temps optimal correspond souvent à $t_c'(90)$.

5 Appareillage

5.1 Rhéomètre

Le rhéomètre consiste en un disque biconique enfermé dans une cavité à température contrôlée. La tige du disque est rendue solidaire d'un arbre d'entraînement oscillant à une faible amplitude de rotation (voir Figure 2).

Le couple appliqué au disque représente la résistance à la déformation de l'éprouvette de caoutchouc et est enregistré graphiquement et automatiquement pour donner une courbe représentant le couple en fonction du temps.

5.2 Chambre

5.2.1 Les chambres doivent être fabriquées à partir d'un acier d'outillage à faible déformation d'une dureté Rockwell d'au moins 50 HRC.

La géométrie des chambres est illustrée aux Figures 3 et 4. La conception des chambres et l'application de la pression sur l'éprouvette tout au long de l'essai doivent être réalisées de manière à minimiser le glissement entre le disque et le caoutchouc. Des orifices doivent être pratiqués dans chacune des demi-chambres inférieure et supérieure aux emplacements indiqués aux Figures 3 et 4 pour permettre l'insertion de capteurs de température. Les surfaces de la chambre doivent comporter des stries rectangulaires situées à des intervalles de 20° de manière à réduire le glissement. Les dimensions de la demi-chambre inférieure doivent être telles qu'indiquées à la Figure 3. La demi-chambre supérieure doit comporter des stries identiques. Les dimensions de la demi-chambre supérieure doivent être telles qu'indiquées à la Figure 4.

5.2.2 La demi-chambre inférieure doit être percée d'un orifice en son centre pour permettre l'insertion de la tige du disque. Un joint approprié, à coefficient de frottement faible et constant, doit être placé dans cet orifice afin d'empêcher le caoutchouc de fuir hors de la chambre.

5.3 Fermeture de la chambre

Les chambres doivent être fermées et maintenues fermées pendant l'essai par un vérin pneumatique capable d'exercer une force de $11,0 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$.

5.4 Disque

Le disque biconique doit être fabriqué à partir d'un acier d'outillage à faible déformation d'une dureté Rockwell d'au moins 50 HRC. Le disque est représenté à la Figure 5, et les dimensions importantes figurent dans le Tableau 1.

5.5 Oscillation du disque

La fréquence de l'oscillation rotative du disque doit être de $1,7 \text{ Hz} \pm 0,1 \text{ Hz}$ hormis des cas particuliers où il est possible d'utiliser d'autres fréquences comprises entre 0,05 Hz et 2 Hz. L'angle maximal de déplacement du disque doit être de $1,00^\circ \pm 0,02^\circ$ autour de son axe (amplitude totale 2°) lorsque la chambre est vide. Si un couple s'exerce sur le disque, la diminution de l'angle d'oscillation résultante, due au couple croissant, doit être une fonction linéaire ayant une pente comprise entre les limites de $0,05^\circ/\text{N}\cdot\text{m} \pm 0,002^\circ/\text{N}\cdot\text{m}$.

Des appareillages appropriés doivent être fournis pour vérifier à la fois l'amplitude initiale de l'oscillation et la diminution de cette dernière lorsqu'un couple est appliqué.

D'autres amplitudes peuvent être utilisées quand elles sont spécifiées pour des raisons particulières. Avec des fréquences ou des amplitudes différentes, on obtient des résultats différents.

NOTE Une amplitude initiale de l'oscillation de 3° peut être utilisée dans des cas où le risque de glissement entre l'éprouvette et la chambre ou le disque peut être exclu (en premier lieu par un nettoyage régulier du disque, voir 10.2.3). Une plus grande sensibilité de l'essai, éventuellement souhaitable en contrôle de production, peut être obtenue à cette amplitude.

5.6 Système de mesurage du couple

5.6.1 Mesurage

Un dispositif produisant un signal directement proportionnel au couple nécessaire pour faire tourner le disque doit être utilisé pour mesurer le couple sur le disque.

5.6.2 Enregistrement

Un enregistreur avec alimentation papier doit être utilisé pour enregistrer le signal en provenance du dispositif de mesurage du couple. L'enregistreur doit avoir un temps de réponse pour la totalité de l'échelle de déflexion du couple égal ou inférieur à 1 s. Le couple doit être enregistré avec une précision de $\pm 0,5 \%$ de l'échelle totale. Trois gammes d'échelles de couple de 0 N·m à 2,5 N·m, de 0 N·m à 5 N·m et de 0 N·m à 10 N·m doivent être fournies.

Bien que le mode opératoire soit rédigé pour un stylo enregistreur avec alimentation papier, un appareil d'acquisition et de traitement automatique des données peut également être utilisé.

5.7 Mesurage de la température

5.7.1 Les dispositifs de mesurage de la température doivent permettre de mesurer la température des chambres à $\pm 0,1$ °C près sur la plage comprise entre 100 °C et 200 °C. Des thermocouples étalonnés ou d'autres capteurs de température appropriés insérés dans les chambres, doivent être utilisés pour contrôler périodiquement les températures des chambres.

5.7.2 Les chambres doivent être montées dans des plateaux en aluminium chauffés électriquement. Des régulateurs de température doivent être utilisés pour ajuster la température de chaque plateau à $\pm 0,3$ °C près en régime permanent. Après l'insertion d'une éprouvette à une température de 23 °C ± 5 °C, la température des chambres doit se rétablir à la température d'essai à $0,3$ °C près en moins de 3 min.

6 Étalonnage du capteur et de l'enregistreur du couple

6.1 Des dispositions doivent être prises pour une vérification électronique de l'enregistreur et du capteur du couple. Il existe une possibilité d'étalonnage au moyen d'une résistance incorporée dans le circuit de mesurage du couple et qui simule l'application d'un couple d'une valeur spécifiée.

6.2 Le système de mesurage du couple doit être étalonné au moyen de masses ou par un système de couple normalisé comme, par exemple, un ressort de torsion étalonné.

6.3 Pour détecter des différences entre rhéomètres ou des changements liés à l'utilisation d'un seul appareil, des essais sur des mélanges de référence s'avèrent utiles. Le mélange de référence doit avoir un module de cisaillement égal ou supérieur à celui des mélanges de production soumis à essai, et il doit être homogène et stable durant plusieurs semaines. Plusieurs essais doivent être effectués sur un ou des rhéomètres étalonnés et en bon état, et, pour chaque courbe, des paramètres tels que M_H , M_L ou t_C' doivent être déterminés. Chaque série de valeurs obtenue pour chaque paramètre doit être utilisée pour définir un intervalle de confiance à un niveau de confiance statistique choisi (95 % ou 99 %).

De légers changements liés à l'utilisation courante ou de légères différences entre rhéomètres ne doivent pas être compensés si les paramètres du matériau mesurés (M_H , M_L ou t_C' par exemple) sont dans les limites des intervalles de confiance. Dans un tel cas, les différences observées ne sont pas significatives d'un point de vue statistique.

La raison d'une dérive importante, c'est-à-dire la cause de variations significatives d'un point de vue statistique détectées lorsque l'un des paramètres n'est plus dans les limites de son intervalle de confiance, doit être déterminée et l'entretien ou les réparations nécessaires doivent être effectués.

7 Éprouvette

Une éprouvette d'environ 30 mm de diamètre et 12,5 mm d'épaisseur ou de volume équivalent doit être utilisée pour chaque essai. De préférence, il convient que l'éprouvette soit découpée dans un échantillon préalablement sous forme de feuille, qui ne doit pratiquement pas contenir de bulles d'air. Un volume total de 8 cm³ est considéré comme optimal pour l'éprouvette.

NOTE On peut garantir une taille convenable d'éprouvette si une petite quantité de mélange s'échappe de chaque côté des demi-chambres. Des éprouvettes trop grosses refroidissent trop la cavité au cours de la première partie de cycle de l'essai et rendent l'essai non valide.

8 Température de vulcanisation

La température de vulcanisation est déterminée par la nature du mélange de caoutchouc ou de l'application mais sera normalement comprise entre 100 °C et 200 °C. La tolérance pour ces températures de vulcanisation doit être de $\pm 0,3$ °C.

9 Conditionnement

L'éprouvette doit être conditionnée à une température de $23 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ pendant au moins 3 h avant de procéder à l'essai.

10 Mode opératoire

10.1 Préparation pour l'essai

Le disque (5.4) étant en place et la chambre fermée, amener la température des deux demi-chambres (voir 5.2) à la température de vulcanisation. Ces conditions remplies, ajuster le stylet de l'enregistreur à la ligne du couple zéro sur le diagramme. Positionner le stylet au temps zéro sur le diagramme. Étalonner l'enregistreur si nécessaire (voir 6.1) et sélectionner l'échelle correcte des couples (voir 5.6.2).

10.2 Chargement du rhéomètre

10.2.1 Ouvrir la chambre, placer l'éprouvette au sommet du disque et fermer la chambre en moins de 5 s. Lorsque des mélanges collants sont soumis à essai insérer de minces films en matière appropriée au-dessous du rotor et au-dessus de l'éprouvette afin d'empêcher le mélange de coller à la chambre.

10.2.2 Le temps doit être décompté à partir de la fermeture de la chambre. Le disque peut soit osciller (voir 5.5) au temps zéro, soit être mis en marche au plus tard 1 min après la fermeture de la chambre. La courbe est achevée lorsque le couple enregistré atteint soit une valeur d'équilibre, soit une valeur maximale. Si le couple continue à augmenter, la vulcanisation est considérée comme achevée après un temps donné.

10.2.3 Un dépôt de matière provenant des mélanges de caoutchouc soumis à essai peut s'accumuler sur le disque et dans la chambre. Cela peut affecter les valeurs finales du couple. Il est recommandé d'essayer chaque jour des mélanges de référence pour détecter cette éventualité. Si un tel dépôt se produit, il peut être éliminé au moyen d'un très léger sablage avec un abrasif doux. Un soin extrême doit être observé au cours de cette opération, pour conserver le relief de la surface des stries et pour ne pas modifier les dimensions. Un nettoyage aux ultrasons ou un nettoyage avec des solvants chauds ou des solutions de nettoyage non corrosives peut également enlever le dépôt. Si l'on utilise un solvant ou une solution de nettoyage, les deux premières séries de résultats obtenus après ce nettoyage doivent être rejetées.

11 Expression des résultats

11.1 Généralités

Les valeurs applicables des paramètres indiqués de 11.2 à 11.5 doivent être déduites de la courbe de vulcanisation.

11.2 Valeurs du couple

M_L couple minimal, en newtons mètres;

M_{HF} couple palier, en newtons mètres;