

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 3417



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

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

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

Première édition — 1977-02-01

CDU 678.032 : 678.028.35

Réf. n° : ISO 3417-1977 (F)

**Descripteurs** : caoutchouc, essai mécanique, essai de cisaillement, détermination, vulcanisation, module de cisaillement, matériel d'essai, rhéomètre.

Prix basé sur 7 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 3417 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et a été soumise aux comités membres en juin 1974.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Belgique	Malaisie	Suisse
Brésil	Mexique	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.S.A.
Espagne	Portugal	Yougoslavie
Hongrie	Roumanie	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée :

Allemagne  
France  
Tchécoslovaquie

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

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de certaines caractéristiques de vulcanisation d'un mélange de caoutchouc à l'aide du rhéomètre à disque oscillant.

## 2 PRINCIPE

2.1 Une éprouvette de caoutchouc est comprimée dans une chambre étanche, sous une pression positive initiale donnée, et maintenue à une température élevée. Un disque biconique est noyé à l'intérieur de l'éprouvette et oscille cycliquement à une faible amplitude. Cette action exerce une force 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.

NOTE — On ne peut espérer une proportionnalité directe entre le module et le couple mesuré dans toutes les conditions d'essai — particulièrement dans la plage des couples élevés — et l'on doit 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 des essais de contrôle de routine, des corrections ne sont pas nécessaires.

2.2 Le module de cisaillement de l'éprouvette de caoutchouc s'accroît lorsque la vulcanisation commence. Une courbe complète est obtenue quand le couple enregistré arrive soit à une valeur d'équilibre, soit à une valeur maximale (voir figure 1). 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.

2.3 On peut déduire, de la courbe, les mesures suivantes :

- a) couple minimal;
- b) temps de vulcanisation naissante (temps de grillage);
- c) temps correspondant à un pourcentage de la vulcanisation complète;
- d) couple maximal, palier, ou couple le plus élevé, atteint après un temps spécifié.

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

Le temps de grillage est une mesure de la sécurité de mise en œuvre. L'optimum de vulcanisation est le temps nécessaire pour obtenir un pourcentage donné du couple maximal, et ce dernier est une mesure du module de cisaillement du caoutchouc complètement vulcanisé à la température d'essai. L'indice de vitesse de vulcanisation est la pente moyenne de la partie ascendante de la courbe de vulcanisation.

## 3 APPAREILLAGE

3.1 Rhéomètre, consistant en un disque biconique enfermé dans une cavité à température contrôlée. La tige du disque est rendue solidaire d'un arbre moteur oscillant cycliquement à une faible amplitude.

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 de couple en fonction du temps. Une coupe du disque et de la chambre est illustrée par la figure 2.

### 3.2 Mesurage de la température

3.2.1 Les systèmes de mesure de la température doivent permettre de mesurer la température de la chambre à moins de  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ . Des thermocouples étalonnés, ou d'autres capteurs de température insérés dans la chambre, doivent être utilisés pour contrôler périodiquement les températures de chambre.

3.2.2 La chambre doit être montée dans des plaques (en aluminium) chauffées électriquement. Des régulateurs de température doivent être utilisés pour ajuster la température de chaque plateau à moins de  $\pm 0,3^\circ\text{C}$  de manière permanente. Si la température de la chambre est réglée à  $150 \pm 0,3^\circ\text{C}$ , la conductivité calorifique doit être suffisante pour permettre d'atteindre, à  $1,0^\circ\text{C}$  près, la température initiale en moins de 2 min après l'insertion, dans la chambre, d'une éprouvette à  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ .

### 3.3 Chambre

3.3.1 Les chambres doivent être fabriquées à partir d'un acier, à faible déformation, d'une dureté Rockwell minimale de HRC 50.

La géométrie des chambres est illustrée par les figures 3 et 4. Leurs dimensions sont données dans les tableaux 1 et 2. 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 creusés dans chacune des demi-chambres, selon les dimensions données dans les tableaux 1 et 2, de manière à pouvoir y insérer des capteurs de température. Les surfaces de la chambre doivent comporter des stries rectangulaires situées à des intervalles de  $20^\circ$  de manière à réduire le glissement. Les dimensions de la demi-chambre inférieure sont données dans le tableau 1. La demi-chambre supérieure doit comporter des stries identiques. Les dimensions de la demi-chambre supérieure sont données dans le tableau 2.

**3.3.2** La demi-chambre inférieure doit être percée d'un orifice en son centre pour y insérer la tige du disque. Un joint approprié, de faible et constante friction, doit être mis dans cet orifice pour empêcher le caoutchouc de fluer hors de la chambre.

### 3.4 Disque

Le disque biconique doit être fabriqué à partir d'un acier, à faible déformation, d'une dureté Rockwell minimale de HRC 50. Le disque est illustré par la figure 5, et les dimensions importantes sont données dans le tableau 3.

### 3.5 Oscillation du disque

La fréquence de l'oscillation rotative du disque doit être de  $1,7 \pm 0,1$  Hz. Pour des essais particuliers cependant, il doit être possible d'utiliser d'autres fréquences comprises entre 0,05 et 2 Hz. L'angle maximal de déplacement du disque doit être de  $1,00 \pm 0,02^\circ$  à partir de sa position centrale (amplitude totale  $2^\circ$ ) quand la chambre est vide.

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

#### NOTES

1 Lorsque la chambre est vide, l'amplitude du disque doit être maintenue constante à  $1,00^\circ$  avec une tolérance de  $\pm 0,02^\circ$ . Si un couple s'exerce sur le disque, la diminution de l'angle d'oscillation, due au couple croissant, sera une fonction linéaire ayant une pente comprise entre les limites de  $0,05 \pm 0,002^\circ/\text{N}\cdot\text{m}$ . Un appareillage approprié doit être fourni pour vérifier à la fois l'amplitude initiale de l'oscillation et la diminution de cette dernière lorsqu'un couple initial est appliqué.

2 Une amplitude initiale de l'oscillation de  $3^\circ$  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 note en 7.2.2). Une plus grande sensibilité éventuellement désirable en contrôle de production peut être obtenue à cette amplitude.

### 3.6 Fermeture de la chambre

La chambre doit être fermée et maintenue fermée pendant l'essai par un vérin pneumatique avec une force de  $11,0 \pm 0,5$  kN.

### 3.7 Mesurages du couple

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.

### 3.8 Enregistrement

Un enregistreur doit être utilisé pour enregistrer le signal en provenance du dispositif mesureur de couple. L'enregistreur doit avoir une vitesse de réponse de 1 s ou moins pour la totalité de l'échelle de déflexion du couple. Ce dernier doit être enregistré avec une précision de  $\pm 0,5\%$  de l'échelle totale. Trois échelles de 0 à 2,5, 0 à 5 et 0 à 10 N·m doivent être fournies.

## 4 ÉTALONNAGE DU REDRESSEUR ET DE L'ENREGISTREUR

**4.1** Des précautions doivent être prises pour une vérification électronique de l'enregistreur et du redresseur. Il existe une possibilité d'étalonnage au moyen d'une résistance incorporée dans le circuit de mesure du couple et qui simule l'application d'un couple d'une valeur spécifiée.

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

NOTE — De manière à détecter des différences entre rhéomètres, ou des changements en utilisant un seul appareil, des essais sur mélanges de référence sont utiles. Le mélange de référence devra avoir un module de cisaillement égal ou supérieur à celui des mélanges de production à essayer, et il devra être homogène et stable durant plusieurs semaines. Plusieurs essais devront être effectués sur un ou des rhéomètres étalonnés et en bon état, et une courbe médiane sera établie alors pour le mélange de référence. De légers changements en utilisation courante, ou de légères différences entre rhéomètres, peuvent être compensés par de petits réglages dans le contrôle du pont de mesure, de manière à effectuer ensuite des essais sur le mélange de référence, en bon accord avec la courbe médiane établie. Si l'on observe des déviations importantes par rapport à la courbe médiane, il ne faut pas utiliser le réglage du pont de mesure pour les corriger. La raison d'une déviation importante devra être déterminée, et l'entretien ou les réparations nécessaires devront être effectués.

## 5 ÉPROUVETTE

**5.1** Une éprouvette, de diamètre 30 mm environ et d'épaisseur 12,5 mm environ ou de volume équivalent, doit être utilisée pour chaque essai. L'éprouvette doit être découpée, de préférence, dans un échantillon, préalablement mis en feuille, qui ne doit pratiquement pas contenir de bulles d'air. Un volume total de  $8 \text{ cm}^3$  est considéré comme optimal pour l'éprouvette.

NOTE — En pratique, la taille optimale de l'éprouvette sera obtenue en prenant une masse de mélange telle qu'elle occupe le volume optimal.

5.2 On peut s'assurer d'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 du cycle de l'essai et annulent l'essai.

## 6 TEMPÉRATURE D'ESSAI

On recommande des températures d'essai comprises entre 100 et 200 °C. D'autres températures peuvent être utilisées si nécessaire. Les tolérances pour ces températures seront de  $\pm 0,3$  °C.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Préparation pour l'essai

Porter à la température d'essai les deux demi-chambres fermées contenant le disque. Quand le disque est en place et les demi-chambres fermées, ajuster le stylet de l'enregistreur à la ligne du couple zéro sur le diagramme. Étalonner l'enregistreur si nécessaire (voir 4.1) et sélectionner l'échelle correcte des couples.

### 7.2 Chargement du rhéomètre

7.2.1 Ouvrir la chambre, placer l'éprouvette au sommet du disque et fermer la chambre en moins de 5 s.

NOTE — Quand on essaye des mélanges collants, placer de minces films en matière appropriée au-dessous du rotor et au-dessus de l'éprouvette pour empêcher le mélange de coller à la chambre.

7.2.2 Le temps doit être compté à partir du moment de la fermeture de la chambre. Le disque peut soit osciller au temps zéro, soit être mis en marche au plus tard 1 min après la fermeture de la chambre.

NOTE — Un dépôt de matière provenant des mélanges de caoutchouc essayés 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 stables pour détecter cette éventualité. Si un tel dépôt se présente, on peut l'ôter au moyen d'un très léger sablage avec un abrasif doux. On doit prendre un soin extrême, au cours de cette opération, de garder le relief de la surface des stries et de ne pas changer les dimensions. Le nettoyage ultrasonique, celui par les solvants chauds ou celui par des solutions 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 devront être rejetées.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

8.1 Les valeurs suivantes doivent être déduites de la courbe de vulcanisation, là où ce sera possible :

8.1.1  $M_L$  = couple minimal, en newton-mètres.

8.1.2  $M_{HF}$  = couple palier, en newton-mètres.

8.1.3  $M_{HR}$  = couple maximal (courbe de réversion), en newton-mètres.

8.1.4  $M_H$  = la plus forte valeur de couple, en newton-mètres, obtenue sur une courbe où l'on n'obtient ni palier, ni valeur maximale après le temps spécifié.

8.1.5  $t_{sx}$  = temps, en minutes, nécessaire à l'augmentation du couple de  $x$  unités au-dessus de  $M_L$ .

8.1.6  $t_c(y)$  = temps de vulcanisation, en minutes, correspondant à  $y$  % du plein développement du couple (voir note ci-après).

8.1.7  $t'_c(y)$  = temps de vulcanisation, temps d'augmentation, en minutes, du couple à partir du couple minimal correspondant à  $y/100 (M_H - M_L) + M_L$  (voir note ci-après).

8.1.8 Indice de vitesse de vulcanisation =  $100/(t_c(y) - t_{sx})$ , paramètre proportionnel à la pente moyenne de la courbe de vitesse de vulcanisation dans sa partie très en pente.

NOTE — Ces paramètres sont admis généralement. Sauf spécifications contraires, il est recommandé d'utiliser les paramètres spécifiques indiqués ci-après :

$t_{s1}$  = temps, en minutes, nécessaire à l'augmentation du couple de 0,1 N·m au-dessus de  $M_L$ ;

$t'_c(50)$  = temps, en minutes, nécessaire au couple pour atteindre la valeur  $M_L + 0,5 (M_H - M_L)$ ;

$t'_c(90)$  = temps, en minutes, nécessaire au couple pour atteindre la valeur  $M_L + 0,9 (M_H - M_L)$ .

Si une amplitude de 3° est utilisée à la place de l'amplitude normalisée de 1°,  $t_{s2}$  doit être utilisé au lieu de  $t_{s1}$ , qui sera le temps, en minutes, nécessaire à l'augmentation du couple de 0,2 N·m au-dessus de  $M_L$ .

8.2 Le procès-verbal d'essai doit, en outre, contenir les indications suivantes :

a) conditions, autres que celles spécifiées dans la présente Norme internationale;

b) amplitude nominale de l'oscillation, considérée comme étant la moitié du déplacement total, ce qui signifie 1° pour un déplacement total de 2°;

c) température d'essai, en degrés Celsius;

d) échelle de couple choisie, en newton-mètres;

e) fréquence d'oscillation, en hertz;

f) diagramme des temps, en minutes, en fonction de la vitesse du moteur, de manière à obtenir un balayage total de tout le diagramme d'enregistrement par le stylet;

g) temps de préchauffe, s'il y en a une, en minutes.

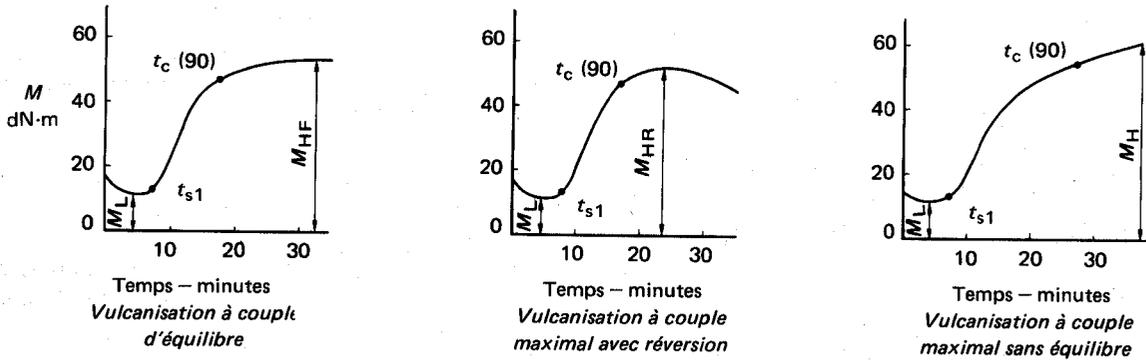


FIGURE 1 – Exemples de courbes de vulcanisation

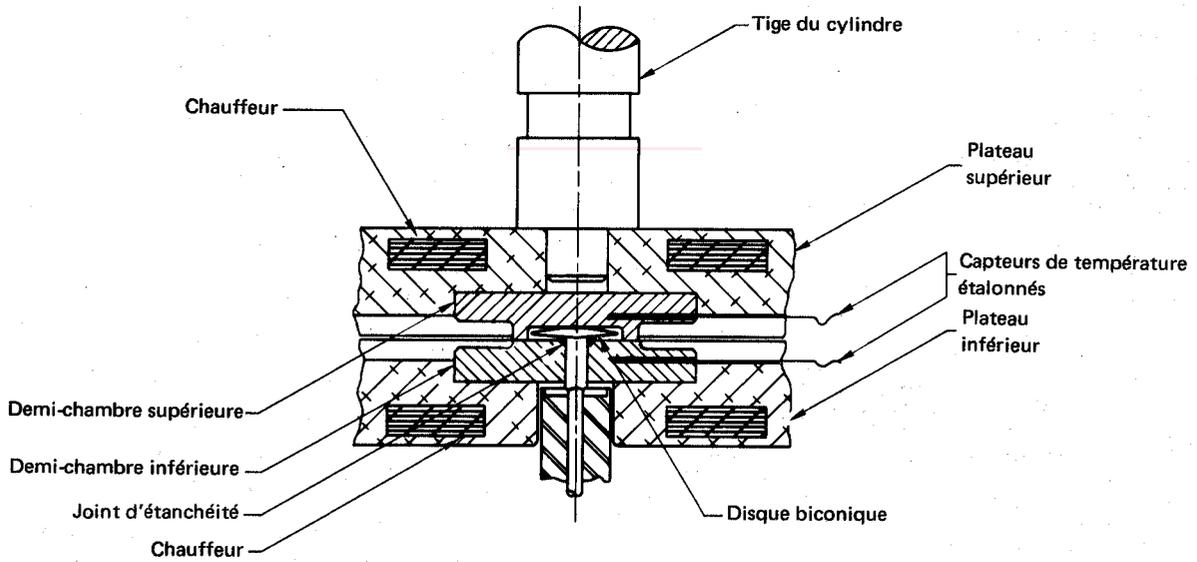


FIGURE 2 – Montage du rhéomètre

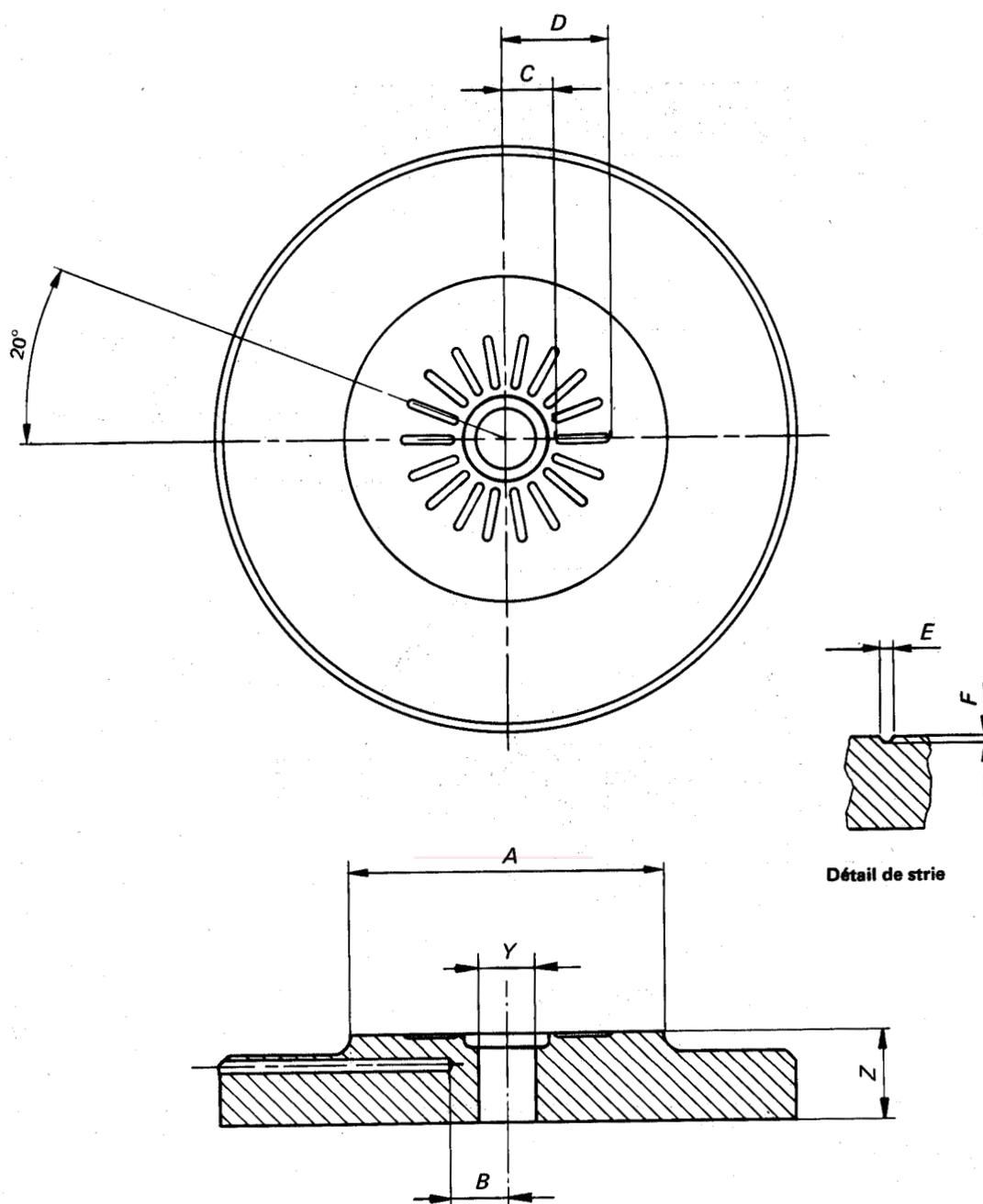


FIGURE 3 – Demi-chambre inférieure

TABLEAU 1 – Dimensions de la demi-chambre inférieure

Code	Dimension mm	Tolérance mm
A	55,9	± 0,2
B	10,6	± 0,3
C	8,0	± 0,2
D	18,3	± 0,2
E	1,6	± 0,2
F	0,8	± 0,1
Y	10,03	± 0,03
Z	16,4	± 0,2

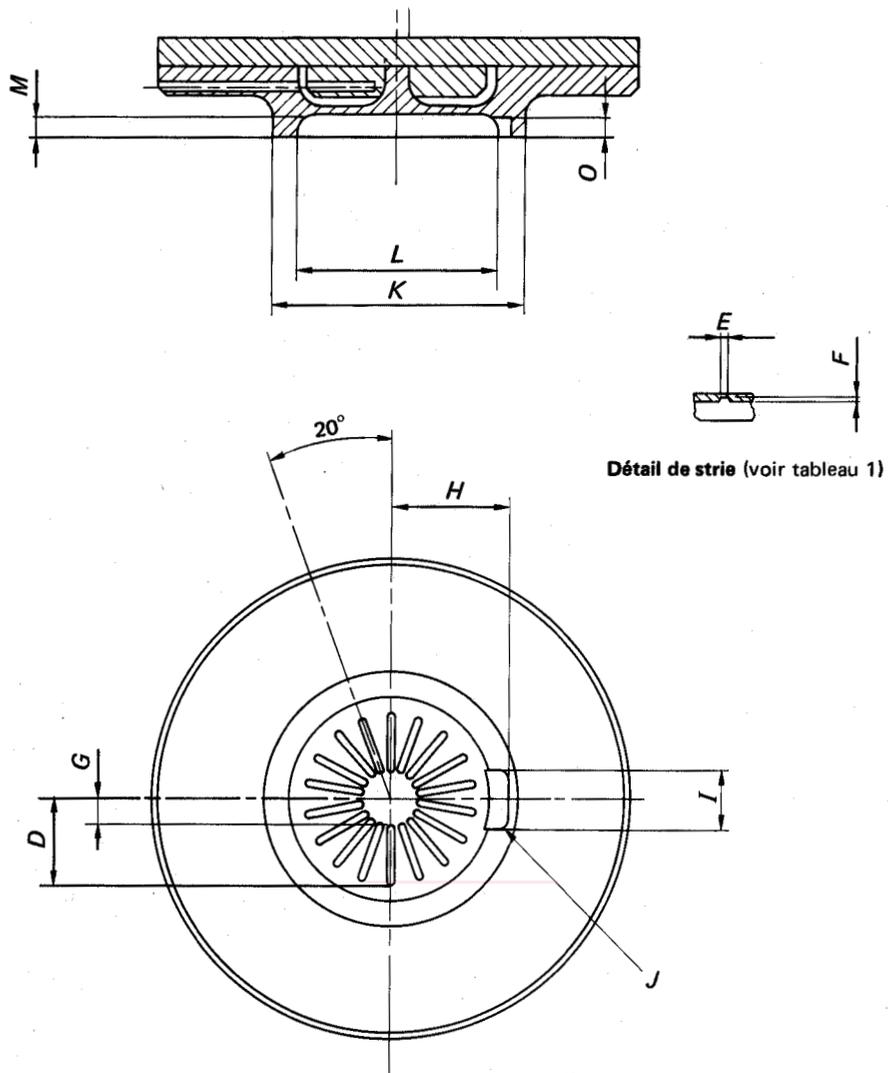


FIGURE 4 – Demi-chambre supérieure

TABLEAU 2 – Dimensions de la demi-chambre supérieure

Code	Dimension mm	Tolérance mm
<i>G</i>	4,8	± 0,2
<i>H</i>	24,1	± 0,1
<i>I</i>	12,7	± 0,4
<i>J</i>	2,4	± 0,4
<i>K</i>	54,6	± 0,2
<i>L</i>	41,9	± 0,1
<i>M</i>	5,35	± 0,01
<i>O</i>	4,6	± 0,2

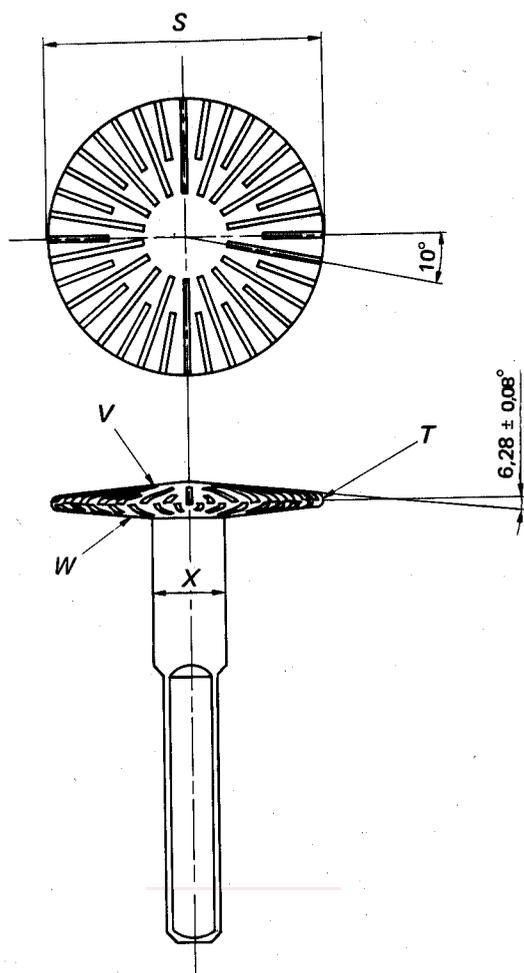


FIGURE 5 – Disque biconique

TABLEAU 3 – Dimensions du disque

Code	Dimension mm	Tolérance mm	
S	Diamètre	35,55	± 0,01
T	Rayon	0,80	± 0,03
V*	Largeur de la strie	0,80	± 0,05
	Profondeur de la strie	0,8	± 0,1
	Longueurs de la strie	7,5 min. 12,5 min.	
W*	Largeur de la strie	0,80	± 0,05
	Profondeur de la strie	0,8	± 0,1
	Longueurs de la strie	7,5 min. 9,5 min.	
X	Diamètre	9,51	± 0,01
	Longueur de la partie circulaire de l'axe du disque	20,0	± 0,5
	Longueur de la partie carrée de l'axe du disque	35,0	± 0,5

\* Les stries des surfaces supérieure et inférieure doivent être décalées de 5°.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3417:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04fbc800-73b8-4273-b5ff-cb86125358bf/iso-3417-1977>