

NORME INTERNATIONALE

**ISO
3417**

Deuxième édition
1991-07-15

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

iTeh Standards

(<https://standards.iteh.ai/>)
*Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the
oscillating disc curemeter*

Document Preview

ISO 3417:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/491ecc02-2d7d-4805-9a6a-5c59ab01ab48/iso-3417-1991>



Numéro de référence
ISO 3417:1991(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 3417 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3417:1977), à laquelle une annexe traitant de la fidélité de la méthode prescrite a été ajoutée.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la 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.

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 les essais de contrôle de routine, des corrections ne sont pas nécessaires.

2.2 La rigidité de l'éprouvette de caoutchouc augmente à mesure que se fait la vulcanisation. La courbe est complète lorsque le couple enregistré atteint soit une valeur d'équilibre, soit 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 les mesures suivantes de la courbe représentant le couple en fonction du temps, c'est-à-dire $M = f(t)$ (voir figure 1):

M_L : couple minimal;

t_{sx} : temps correspondant au début de vulcanisation [temps de grillage (voir 8.2)];

$t_c(y)$: temps correspondant à un certain pourcentage, y , de la vulcanisation complète;

M_{HF} : couple palier; ou

M_{HR} : couple maximal (courbe de réversion); ou

M_H : valeur la plus élevée du couple atteinte après un temps prescrit, obtenue sur une courbe où l'on n'obtient ni palier ni maximum après le temps prescrit.

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

Le temps de grillage, t_{sx} , est une mesure de la sécurité de mise en œuvre du mélange. L'optimum de vulcanisation correspond au temps, $t_c(y)$, nécessaire pour obtenir un pourcentage donné, y , 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 (voir 8.4) est la pente moyenne de la partie ascendante de la courbe de vulcanisation.

3 Appareillage

3.1 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 moteur oscillant cycliquement à une faible amplitude.

Le couple appliqué au disque représente la résistance à la déformation de l'éprouvette de caout-

chouc et est enregistré graphiquement et automatiquement pour donner une courbe du couple en fonction du temps. Une coupe du disque et de la chambre est représentée à la figure 2.

3.2 Chambre

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

La géométrie des chambres est illustrée par la figure 3 et la figure 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 creusés dans chacune des demi-chambres, selon les dimensions indiquées à la figure 3 et à la figure 4, 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° de manière à réduire le glissement. Les dimensions de la demi-chambre inférieure sont indiquées à la figure 3. La demi-chambre supérieure doit comporter des stries identiques. Les dimensions de la demi-chambre supérieure sont indiquées à la figure 4.

3.2.2 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.

3.3 Fermeture de la chambre

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

3.4 Disque

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

3.5 Oscillation du disque

La fréquence de l'oscillation rotative du disque doit être de $1,7 \text{ Hz} \pm 0,1 \text{ Hz}$. Pour des essais particuliers cependant, il doit être possible d'utiliser d'autres fréquences comprises entre 0,05 Hz et 2 Hz. L'angle maximal de déplacement du disque doit être de $1,00^\circ \pm 0,02^\circ$ à partir de sa position centrale (amplitude totale 2°) lorsque la chambre est vide. 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 $0,05^\circ/\text{N}\cdot\text{m} \pm 0,002^\circ/\text{N}\cdot\text{m}$. 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.

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

NOTE 1 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 7.2.3). Une plus grande sensibilité éventuellement désirable en contrôle de production peut être obtenue à cette amplitude.

3.6 Système de mesurage du couple

3.6.1 Mesurage 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.

3.6.2 Enregistrement

Un enregistreur 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 échelles de 0 à 2,5 N·m, 0 à 5 N·m et 0 à 10 N·m doivent être fournies.

3.7 Mesurage de la température

3.7.1 Les dispositifs de mesurage de la température doivent permettre de mesurer la température de la chambre avec une précision 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.

3.7.2 La chambre doit être montée dans des plateaux en aluminium chauffés électriquement. Des régulateurs de température doivent être utilisés pour ajuster la température de chaque plateau avec une précision de $\pm 0,3^\circ\text{C}$ de manière permanente. Si la température de la chambre est réglée à $150^\circ\text{C} \pm 0,3^\circ\text{C}$, la conductivité thermique 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 $23^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$.

4 Étalonnage du transducteur et de l'enregistreur

4.1 Des précautions doivent être prises pour une vérification électronique de l'enregistreur et du transducteur. 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 prescrite.

4.2 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.

4.3 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 doit avoir un module de cisaillement égal ou supérieur à celui des mélanges de production à essayer 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 une courbe médiane doit alors être établie 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 dérives importantes par rapport à la courbe médiane, il ne faut pas utiliser le réglage du contrôle du pont de mesure pour les corriger. La raison d'une dérive importante doit être déterminée, et l'entretien ou les réparations nécessaires doivent être effectués.

5 Éprouvette

5.1 Une éprouvette, d'environ 30 mm de diamètre et d'environ 12,5 mm d'épaisseur 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 cm³ est considéré comme optimal pour l'éprouvette.

NOTE 2 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 de vulcanisation

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

7 Mode opératoire

7.1 Préparation pour l'essai

Amener la température des deux demi-chambres (3.2) fermées contenant le disque (3.4) à la température de vulcanisation. Lorsque le disque est en place et que les demi-chambres sont 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 (voir 3.6.2).

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.

Si l'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 (voir 3.5) au temps zéro, soit être mis en marche au plus tard 1 min après la fermeture de la chambre.

7.2.3 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, l'ôter au moyen d'un très léger sablage avec un abrasif doux. Veiller, avec le plus grand soin, au cours de cette opération, à garder le relief de la surface des stries et à ne pas modifier les dimensions. Un nettoyage ultrasonique, par les solvants chauds ou par des solutions non corrosives, peut également enlever le dépôt. Si l'on utilise un solvant ou une solution de nettoyage, rejeter les deux premières séries de résultats obtenus après ce nettoyage.

8 Expression des résultats

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

8.1 Valeurs du couple

- M_L : couple minimal, en newtons mètres;
- M_{HF} : couple palier, en newtons mètres;
- M_{HR} : couple maximal (courbe de réversion), en newtons mètres;
- M_H : valeur de couple la plus élevée en newtons mètres, obtenue sur une courbe où l'on n'obtient ni palier, ni valeur maximale après le temps prescrit.

8.2 Valeurs du temps

- t_{sx} : temps, en minutes, nécessaire à l'augmentation du couple de x dixièmes d'unité au-dessus de M_L (voir 8.3 et 8.4);
- $t_c(y)$: temps de vulcanisation, en minutes, correspondant à y % du plein développement du couple (voir 8.4);
- $t'_c(y)$: temps de vulcanisation, en minutes, nécessaire à l'augmentation du couple à partir du couple minimal M_L jusqu'à $M_L + 0,01y(M_H - M_L)$ (voir 8.3).

8.3 Temps correspondant à différents pourcentages de vulcanisation

Sauf indications contraires, il est recommandé d'utiliser les temps spécifiques suivants:

- 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 utilisée 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 .

8.4 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.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- Détails concernant l'échantillon:
 - description complète de l'échantillon et origine de celui-ci;
 - détails concernant le mélange;
- Méthode d'essai et détails concernant l'essai:
 - référence à la présente Norme internationale;
 - identification du rhéomètre utilisé;
 - dimensions de la chambre;
 - amplitude nominale de l'oscillation, considérée comme étant la moitié du déplacement total du disque, ce qui signifie 1° pour un déplacement total de 2°;
 - fréquence d'oscillation, en hertz, s'il ne s'agit pas de la valeur préférentielle (voir 3.5);
 - échelle de couple choisie, en newtons mètres;
 - vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur, en millimètres par minute;
 - temps de chauffage, en minutes;
 - température de vulcanisation, en degrés Celsius.
- Résultats d'essai lus sur la courbe de vulcanisation:

M_L : couple minimal, en newtons mètres;

M_{HR} : couple maximal, en newtons mètres; ou

M_{HF} : couple palier, en newtons mètres; ou

M_H : valeur la plus élevée du couple, en newtons mètres;

t_{sx} : temps de grillage, en minutes (temps correspondant à un accroissement de x dixièmes d'unité du couple à partir de M_L);

$t_c(y)$: temps de vulcanisation, en minutes.
- Date de l'essai.